Postverlagsort Berlin

FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

156. BAND, 6. (SCHLUSS-)HEFT

MIT 9 ABBILDUNGEN IM TEXT

(ABGESCHLOSSEN AM 9. JULI 1957)

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG

J. F. BERGMANN · MÜNCHEN

1957

Z.anal. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C. W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C. W. Kreidel, und München, J. F. Bergmann, Band 53—127 (1944) München, J. F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Es wird ausdrücklich darauf aufmerksam gemacht, daß mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag das ausschließliche Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder an den Verlag übergeht. Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind, und die auch nachträglich nicht anderweitig zu veröffentlichen der Autor sich verpflichtet.

Es ist ferner ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages nicht gestattet, photographische Vervielfältigungen, Mikrofilme, Mikrophote u. ä. von den Zeitschriftenheften, von einzelnen Beiträgen oder von Teilen daraus herzustellen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als 1½ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 28–30
Fernsprecher 27901
Berlin W 35, Reichpietschufer 20
Fernsprecher 249251

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 440535

Band 156 — **Inhaltsverzeichnis** — 6. (Schluß-)Heft

Originalabhandlungen — Seite

Flaschka, H., und **S. Khalafallah,** Zur Theorie der visuellen Endpunktsbestimmung bei komplexometrischen Titrationen. Mit 5 Textabbildungen . . . 401

Geilmann, W., und **R. Neeb,** Die Abtrennung geringster Mengen von Osmium und Ruthenium durch Destillation. Beiträge zur analytischen Chemie der Platinmetalle V. Mit 1 Textabbildung 411

Geilmann, W., und **R. Neeb,** Die Trennung von Osmium und Ruthenium durch Extraktion der Diphenylthioharnstoff- und der Tetraphenylarsoniumverbindungen. Beiträge zur analytischen Chemie der Platinmetalle VI 420

Castiglioni, A., Komplexometrische Pyridinbestimmung 426

Rao, G. Gopala, and **P. Jagan Mohan,** Induced Reactions in Cerimetry. Part III. With Iron(II) as Inductor 428

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

National Research Centre, Dokki-Cairo, Ägypten

Zur Theorie der visuellen Endpunktsbestimmung bei komplexometrischen Titrationen

Von

H. Flaschka und S. Khalafallah

Mit 5 Textabbildungen

(Eingegangen am 2. Januar 1957)

In seinem Buche hat Schwarzenbach[5] die Umschlagskurven für einige Metallindicatoren mitgeteilt; es lassen sich daraus in Kombination mit den Titrationskurven Aussagen über den Ablauf der Endpunktsreaktionen machen. Die Berechnungen sind bewußt auf die Metallionenkonzentration von etwa 10^{-3} beschränkt, da die verwendeten Stabilitätskonstanten unter ähnlichen Bedingungen gemessen sind[6]. Einige spezielle Fälle visueller Indication sind anderwärts behandelt. Lydersen und Gjems[3] beschäftigten sich mit der Thyocyanatindication der Eisentitration. Ringbom und Vänninen[4] behandeln die Verwendung von Dithizon als Indicator. Eine eingehendere allgemeine Behandlung hat die photometrische Endpunktsbestimmung erfahren[1]. Eine im Original nicht zugängliche Arbeit von Jacimirskij[2] beschäftigt sich mit den allgemeinen Bedingungen von Titrationen unter Verwendung komplexbildender Titrationsmittel.

Zweck der vorliegenden Arbeit ist es, Formeln auszuarbeiten, die einmal gestatten, die Grenzbedingungen komplexometrischer Titrationen zu errechnen und auch erlauben, für spezielle Fälle die jeweiligen Bedingungen abzuschätzen und allfällige systematische Fehler aufzuzeigen. Wenngleich in vielen Fällen die Werte der benötigten Konstanten nicht oder nur annähernd bekannt sein werden oder unter anderen als den analytischen Bedingungen gemessen worden sind, so werden die Formeln doch Abschätzungen erlauben und können bei der Ausarbeitung von Arbeitsvorschriften wertvolle Hilfe für den Ansatz der Experimente bedeuten. Die im Laufe der Arbeit errechneten allgemeinen Schlußfolgerungen decken sich mit den aus Spezialfällen der Praxis gewonnenen Erfahrungen vorzüglich.

1. Voraussetzende Annahmen für die mathematische Behandlung

Wenn auch versucht werden soll, die Behandlung des Problemes so streng mathematisch zu machen, als nur irgend möglich, sind einige vereinfachende Annahmen unumgänglich, da sonst die Formeln einen

Umfang annähmen, der ihre praktische Handhabung ausschließen müßte. Diese Voraussetzungen sind folgende:

a) Es soll sich um einen Zweifarbenindicator handeln.

b) In bezug auf das menschliche Auge soll die Farbe des freien und gebundenen Indicators hinreichend kontrastreich und von gleicher Intensität sein.

c) Metall und Indicator sollen nur (oder praktisch ausschließlich) im Verhältnis 1 : 1 reagieren.

d) Das menschliche Auge sei imstande, nur solche Farbunterschiede klar wahrzunehmen, die einem Wechsel von mindestens 10% der Indicatormenge vom metallgebundenen zum freien Indicator oder umgekehrt entspricht. Demnach ist der Endpunkt der Titration erreicht, wenn nur mehr 10% des Indicators an das Metall gebunden sind. Die dann noch vorhandene Färbung der Lösung durch den Metall-Indicatorkomplex wird durch jene der 90% freien Indicators gedeckt und nicht mehr wahrgenommen.

Diese Annahmen sind in der überwiegenden Zahl komplexometrischer Titrationen erfüllt oder doch zumindest so weit zutreffend, daß die Abweichungen keinen wesentlichen Einfluß auf die Resultate der Berechnungen nehmen werden.

2. Ableitung der Grundformel

Im Endpunkte der Titration bestehen die beiden Gleichgewichte Metall-Äthylendiamintetraacetat(ÄDTA)- und Metall-Indicatorkomplex. Die für die beiden Gleichgewichte geltenden Massenwirkungskonstanten sind die gemäß (1) und (2) definierten Stabilitätskonstanten

$$K = \frac{[MY]}{[M] \cdot [Y]} \qquad (1) \qquad k = \frac{[MI]}{[M] \cdot [I]}. \qquad (2)$$

Hierin bedeuten: M das Metall, Y das Anion von ÄDTA und I das Anion des Indicators, die beiden letzteren voll dissoziiert. Von der Angabe von Ladungszeichen kann vereinfachend abgesehen werden.

Es sei ausdrücklich darauf verwiesen, daß K und k die *scheinbaren* Stabilitätskonstanten sind. Das heißt Y und I sind nur jene Bruchteile von ÄDTA und Indicator, die bei dem herrschenden Titrations-p_H-Wert tatsächlich als Y^{-4} und I^{-n} vorhanden sind. Man gewinnt diese scheinbaren Konstanten aus den absoluten mittels Division durch die entsprechenden α_H-Werte, die aus p_H und Stabilitätskonstanten der „Protonenkomplexe" von ÄDTA und Indicator errechnet werden können (siehe Schwarzenbach[5], S. 10). Sind noch weitere Komplexbildner in der Lösung vorhanden, die mit dem Metall reagieren können, wie etwa Ammoniak, Tartrat oder Acetat, so müssen die absoluten Konstanten auch noch durch die entsprechenden β-Werte dividiert werden (siehe Schwarzenbach[5], S. 14).

Es gelten ferner noch die folgenden Gleichungen:

$$C_I = [MI] + [I], \tag{3}$$

$$C_M = [MY] + [MI] + [M], \tag{4}$$

$$C_Y = [MY] + [Y]. \tag{5}$$

Hierin sind C_I, C_M und C_Y die analytischen Konzentrationen von Indicator, Metall bzw. ÄDTA in Mol/Liter. Und zwar sind dies die *Konzentrationen im Endpunkte* in der titrierten Lösung oder so nahe vor oder nach dem Endpunkte, daß die durch Zugabe einiger Tropfen Maßlösung bewirkte Volumänderung vernachlässigt werden kann.

Durch Kombination von (3), (4) und (5) mit (1) und (2) erhält man die Gl. (6) und (7):

$$K = \frac{[MY]}{(C_M - [MY] - [MI]) \cdot (C_Y - [MY])}, \tag{6}$$

$$k = \frac{[MI]}{(C_M - [MY] - [MI]) \cdot (C_I - [MI])}. \tag{7}$$

Errechnet man aus (7) den Wert für $[MY]$ und setzt das Resultat in (6) ein, so kann die Gleichung nach $[MI]$ aufgelöst und der Verlauf der Titration nahe dem Endpunkte berechnet werden. Die Gleichung ist jedoch in bezug auf $[MI]$ dritten Grades und somit schwer zu handhaben. Es ist daher einfacher die Gleichung nach C_Y aufzulösen und die Kurven durch Variation von $[MI]$ zu gewinnen. Die dann resultierende Formel lautet

$$C_Y = \left(C_M - [MI] - \frac{1}{k} \cdot \frac{[MI]}{C_I - [MI]}\right) \cdot \left(\frac{C_I - [MI]}{[MI]} \cdot \frac{k}{K} + 1\right). \tag{8}$$

Um die Kurven für verschiedene Metallkonzentrationen im Koordinatensystem beisammen zu haben, ist es zweckmäßiger, nicht mit C_Y zu operieren, sondern p aufzutragen, welches gemäß (9) definiert ist:

$$p \equiv \frac{C_Y}{C_M}. \tag{9}$$

Wir führen als weitere Abkürzungen noch die folgenden Definitionen ein:

$$r \equiv \frac{k}{K} \tag{10}$$

und

$$\varphi \equiv \frac{[MI]}{C_I}. \tag{11}$$

Wir erhalten dann die beiden Grundgleichungen:

$$C_Y = \left(C_M - \varphi \cdot C_I - \frac{\varphi}{1-\varphi} \cdot \frac{1}{k}\right) \cdot \left(\frac{1-\varphi}{\varphi} \cdot r + 1\right) \tag{12}$$

und

$$p = \frac{1}{C_M} \cdot \left(C_M - \varphi \cdot C_I - \frac{\varphi}{1-\varphi} \cdot \frac{1}{k}\right) \cdot \left(\frac{1-\varphi}{\varphi} \cdot r + 1\right). \tag{13}$$

Trägt man nun C_Y oder besser p gegen φ auf, so erhält man Kurven, aus denen abgelesen werden kann, um wieviel der Endpunkt abweicht und

wie der Endpunkt erreicht wird, d. h. schleppend oder abrupt. Einige Kurven dieser Art sind für verschiedene Werte von k, r und C_I in den Abb. 1—5 dargestellt.

Um der Notwendigkeit enthoben zu sein, für jeden Fall die volle Kurve zu zeichnen, soll nachfolgend eine Reihe von Formeln entwickelt werden,

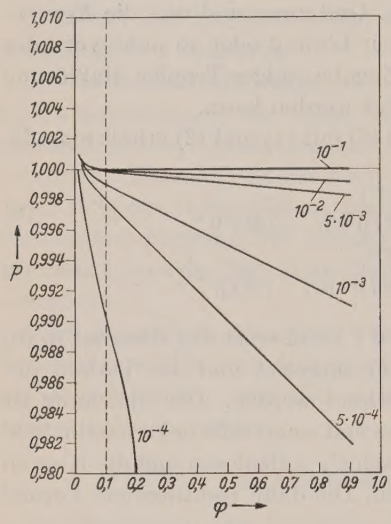


Abb. 1

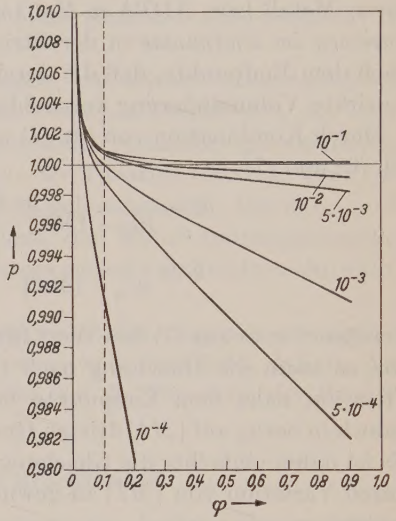


Abb. 2

Abb. 1. Kurven für verschiedene Metallionenkonzentrationen (im Endpunkte). K 10^{16}, k 10^{11}, r 10^{-5} und C_I 10^{-5}. Für C_M 10^{-4} ist die Indicatorkonzentration bereits 10% der Metallionenkonzentration! Rechnet man diese Kurve mit C_I 10^{-6}, so wird sie identisch mit der Kurve für C_M 10^{-3}

Abb. 2. Umschlagskurven für die Werte: K 10^{15}, k 10^{11}, r 10^{-4} und C_I 10^{-5}. Auch hier gilt das bei Abb. 1 für die niedere Indicatorkonzentration Gesagte

die das gewünschte Resultat unmittelbar ergeben und es sollen die zulässigen Grenzbedingungen für die Werte der einzelnen Parameter abgeleitet werden.

3. Lage des Endpunktes

Der Endpunkt ist gemäß der Definition Abschnitt 1, Punkt d) erreicht, wenn $[MI] = 0{,}1 \cdot C_I$ oder, was dasselbe ist, $\varphi = 0{,}1$, d. h. wenn nur noch 10% der Indicatormenge an das Metall gebunden sind. Im stöchiometrischen Endpunkte muß $C_Y = C_M$ sein oder anders ausgedrückt, die Bedingung $p = 1$ muß erfüllt sein.

In Abb. 3 erfolgt der Schnitt der Linie $\varphi = 0{,}1$ für Endkonzentrationen an Metall von 0,1 und 0,01 m bei $p = 1{,}0090$, was einem relativen Fehler von + 0,9% entspricht. Je verdünnter die Lösung im Endpunkte, desto mehr nähert sich der Schnittpunkt dem Werte $p = 1$. Dies ist mit der praktischen Erfahrung im Einklang, daß komplexometrische Titrationen vielfach besser gelingen, wenn in verdünnten Lösungen gearbeitet wird.

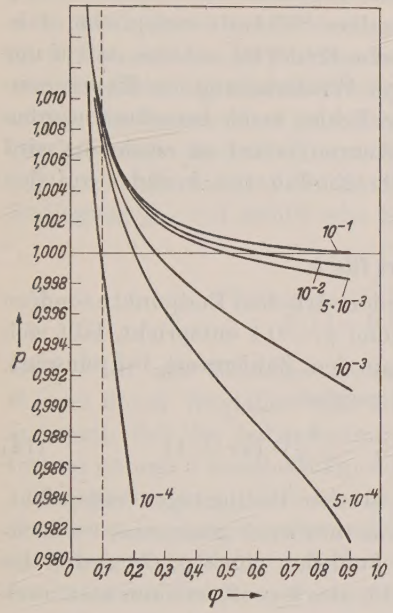


Abb. 3

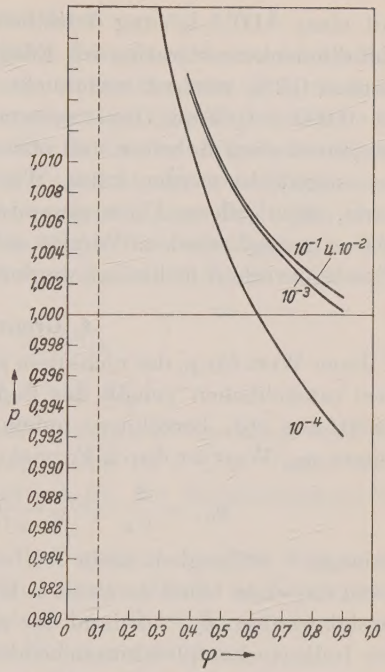


Abb. 4

Abb. 3. Umschlagskurven für die Werte K 10^{14}, k 10^{11}, r 10^{-3} und C_I 10^{-5}. Für niedere Indicatorkonzentration gilt das bei Abb. 1 Gesagte

Abb. 4. Umschlagskurven für den äußerst ungünstigen Fall: K 10^{13}, k 10^{11}, r 10^{-2} (!!) und C_I 10^{-5}

Im übrigen ist, wie später genauer abgeleitet wird, das Beispiel der Abb. 3 ein recht ungünstiger Fall, da $r = 10^{-3}$ sehr hoch ist. Die Stabilität des Indicatorkomplexes ist bereits zu nahe an der des ÄDTA-Komplexes. Abb. 1 zeigt einen viel günstigeren Fall. Für eine Metallionenkonzentration von $5 \cdot 10^{-4}$ im Endpunkte ergibt sich ein Fehler von —0,2%. Dies liegt, wie eine kurze Rechnung zeigt, bereits innerhalb der Tropfengrenze. Titrieren wir z. B. 25 ml einer 10^{-3} m Metallsalzlösung

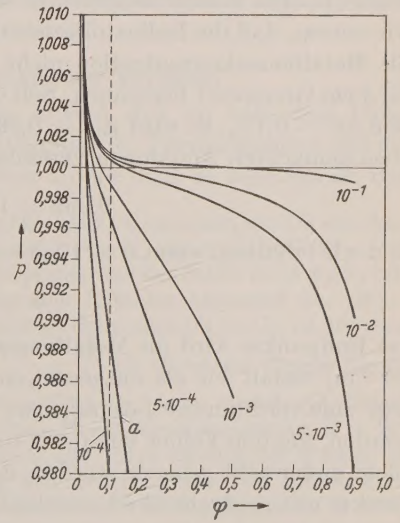


Abb. 5

Abb. 5. Umschlagskurven für die Werte: K 10^9, k 10^5, r 10^{-4} und C_I 10^{-6}. Für C_I 10^{-6} wird in diesem Falle für C_M 10^{-4} eine nur unwesentliche Verbesserung erhalten. Kurve a

mit einer ÄDTA-Lösung derselben Molarität, dann ist die angeführte Metallionenkonzentration im Endpunkte gegeben. Von der Maßlösung werden 0,2% weniger verbraucht, als dem Sollwerte entspricht, d. h. $25 \cdot 0{,}002 = 0{,}05$ ml. Dieser systematische Fehler ist so klein, daß er nur bei genauestem Arbeiten und oftmaliger Wiederholung des Experimentes aufgedeckt werden kann. Wie der Fehler rasch berechnet werden kann, ohne jedesmal den gesamten Kurvenverlauf zu zeichnen, wird später gezeigt werden. Vorerst soll der Einfluß von k und r auf den Titrationsverlauf diskutiert werden.

4. Grenzwert für k

Jener Wert für p, der nicht dem stöchiometrischen Endpunkte sondern dem tatsächlichen gemäß der Bedingung $\varphi = 0{,}1$ entspricht, läßt sich leicht aus (13) berechnen, indem man den Zahlenwert 0,1 einsetzt. Dieser $p_{0,1}$-Wert ist durch Formel (14) gegeben:

$$p_{0,1} = \frac{1}{C_M} \cdot \left(C_M - 0{,}1\, C_I - \frac{1}{9 \cdot k} \right) \cdot (9r + 1) . \tag{14}$$

Solange r hinlänglich klein ist, also idealen Bedingungen entspricht, kann das erste Glied im zweiten Klammerausdruck gegen eins vernachlässigt werden. $p_{0,1}$ ist dann nur eine Funktion von C_M, C_I und k. Ist der Indicatorkomplex hinreichend stabil, also k groß, so kann man auch das dritte Glied im ersten Klammerausdruck vernachlässigen. Solange nun die Indicatorkonzentration gegen die Metallionenkonzentration klein ist, wird $p_{0,1} = 1$, d. h. der Endpunkt liegt richtig. Sind jedoch im ersten Klammerausdruck die beiden zweiten Glieder mit der Metallionenkonzentration kommensurabel, so werden Unterwerte erhalten. Setzen wir voraus, daß die Indicatorkonzentration genügend klein ist, um gegen die Metallionenkonzentration nicht ins Gewicht zu fallen, so läßt sich für k ein Grenzwert berechnen. Soll der Fehler der Titration nicht größer sein als $-0{,}1\%$, so wird $p_{0,1} = 0{,}999$. Setzt man das in die gemäß den eben gemachten Annahmen vereinfachte Formel (14) ein so kommt

$$0{,}999 = 1 - \frac{1}{9 \cdot k \cdot C_M}$$

und wir erhalten, wenn $9 = 10$ gesetzt wird,

$$k \simeq \frac{10^2}{C_M} .$$

Im Endpunkte wird die Metallionenkonzentration selten größer sein als 10^{-2} m, sodaß wir als untersten zulässigen Wert für $k = 10^4$ erhalten. Für eine verdünntere Lösung, etwa $C_M = 10^{-3}$, muß aber k bereits 10^5 werden, um den Fehler von 0,1% nicht zu überschreiten. Es darf jedoch nicht außer acht gelassen werden, daß k nicht nur für die Lage des Endpunkts mit maßgebend ist, sondern auch für dessen „Güte" mitverantwortlich ist, wie später noch zu zeigen ist.

5. Grenzwert für r

Die Stabilitätskonstante für den ÄDTA-Komplex (K) tritt in den Formeln nur indirekt auf. K muß ja immer viel größer sein als k, da sonst im Endpunkt das ÄDTA dem Indicatorkomplex das Metall nicht oder nur unvollständig entreißen könnte. Durch die im vorigen Abschnitte errechnete Grenze für k ist automatisch auch der unterste Wert von K gegeben, wenn man die Grenze für r berechnet. Diese erhält man ebenfalls aus der Formel (14). Soll die Titration fehlerfrei verlaufen, so muß die Bedingung $p_{0,1} = 1$ erfüllt sein. Setzt man dies in (14) ein, so ergibt sich:

$$r = \frac{0{,}1 \cdot \frac{C_I}{C_M} + \frac{1}{9 \cdot k \cdot C_M}}{9 \cdot \left(1 - 0{,}1 \cdot \frac{C_I}{C_M} - \frac{1}{9 \cdot k \cdot C_M}\right)} \,. \tag{15}$$

Ist $k \gg 10^4$, also von seiner Grenze weit entfernt, so vereinfacht sich die Formel durch Wegfallen aller Summenglieder zu $r \simeq 10^{-4}$ wenn man annimmt, daß die Indicatorkonzentration 1% der Metallionenkonzentration ist und 9 annähernd gleich 10 setzt.

Entspricht jedoch k nicht idealen Bedingungen, sondern liegt es an der Grenze, so kann man zwar die beiden letzten Glieder im Nenner vernachlässigen, der Zähler jedoch bleibt bestehen. Es ergibt sich dann, wieder vereinfachend $9 = 10$ gesetzt, die Näherungsgleichung

$$r = \frac{10^{-2} \cdot C_I + 10^{-6}}{C_M} \,. \tag{15'}$$

Daraus erkennt man, durchaus in Übereinstimmung mit den praktischen Erfahrungen, daß r auch noch etwas größer sein kann als 10^{-4}, doch muß dann in sehr verdünnten Lösungen titriert werden und die Indicatorkonzentration gewinnt an Bedeutung*.

6. Wie groß ist der Fehler der Titration?

Solange die Titrationsbedingungen so sind, daß wir nahe dem Idealfalle für k und r sind, liegt der Schnittpunkt der Titrationskurve mit der Linie $\varphi = 0{,}1$ genau im Ordinatenwert 1 oder doch so nahe daran, daß

* Für einen Fehler der Titration nicht größer als 0,1% errechnet sich für eine Endkonzentration von $C_M = 10^{-2}$ für K somit der Betrag von $k/r = 10^4/10^{-4} = 10^8$. Dies läßt sich leicht auf anderem Wege überprüfen. Soll der Fehler nicht größer sein als —0,1% so muß im Endpunkt, wenn kein Indicator anwesend ist, $[M] = 10^{-3} \cdot C_M$ sein. Berücksichtigt man ferner, daß im Endpunkte $[M] = [Y]$ ist und setzt in Formel (1) ein, so erhält man $K = \frac{1 - 10^{-3}}{10^{-6} \cdot C_M} \simeq \frac{10^6}{C_M}$ als allgemeine Grenze für die Durchführbarkeit einer komplexometrischen Titration, wenn Metall und Titrant im Verhältnis 1 : 1 reagieren und für die obige Metallionenkonzentration $K = 10^8$. Jacimirskij leitet für ein Verhältnis 1 : n und 0,1 m Lösung die Formel ab $\log K = 4n + 3$. Unter Berücksichtigung, daß für ÄDTA $n = 1$ ist und die Konzentrationen sich um den Faktor 10 unterscheiden, sind die Ergebnisse in voller Übereinstimmung.

die Abweichung praktisch nicht spürbar ist. Anderenfalls läßt sich der Fehler unter Anwendung von (14) berechnen. Für die Abweichung im Endpunkte gilt dann

$$\Delta p \equiv p_{0,1} - 1 = \frac{1}{C_M} \cdot \left[9 \cdot r \cdot C_M - 0{,}1 \cdot C_I \cdot (1 + 9r) - \frac{r}{k} - \frac{1}{9 \cdot k}\right]. \quad (16)$$

Da r maximal 10^{-4} werden darf, kann man im mittleren Klammerausdruck $9 \cdot r$ gegen 1 vernachlässigen. r/k ist nichts anderes als $1/K$ und ist ebenfalls um viele Größenordnungen kleiner als das sonst kleinste Glied, so daß es auch gestrichen werden darf. Wir erhalten dann die vereinfachte Formel für den Fehler

$$\Delta p = \frac{1}{C_M} \cdot \left(9 \cdot r \cdot C_M - 0{,}1\, C_I - \frac{1}{9 \cdot k}\right). \quad (17)$$

Der prozentuale Fehler ist gegeben durch

$$F = \Delta p \cdot 100\%. \quad (18)$$

Bei günstigen Bedingungen ist das Glied $1/9 \cdot k$ zu vernachlässigen. Auch r wird dann so klein, daß (nach Streichen von $1/9 \cdot k$ und Multiplikation mit $1/C_M$) das Glied $9 \cdot r$ gegen $0{,}1 \cdot C_I/C_M$ keine Rolle spielt. Der Fehler ist dann praktisch nur vom Verhältnis C_I/C_M abhängig und erreicht auch bei sehr verdünnten Lösungen, selbst wenn wir uns dem praktischen Grenzwert dieses Verhältnisses, nämlich 10^{-2} (Indicatorkonzentration 1% der Metallionenkonzentration) nähern, nur den Betrag von —0,1%. Sind keine so guten Bedingungen gegeben, dann spielen das erste und letzte Glied eine nicht zu vernachlässigende Rolle und der Fehler kann beträchtliche Werte, sowohl positive als auch negative, annehmen. Indes ist dann nicht mehr der Fehler F allein ein Kriterium für die Durchführbarkeit der Titration, sondern auch die Güte des Endpunktes leidet so sehr, daß Schwierigkeiten auftreten.

Bei den meisten komplexometrischen Titrationen liegen in der praktischen Durchführung die Bedingungen vielfach günstiger als die eben abgeleiteten Grenzen angeben. Da die Metallindicatoren sehr empfindlich ansprechen, kann C_I immer sehr klein gehalten werden und es ergibt sich, daß ÄDTA-Titrationen praktisch frei von Indicatorkorrekturen sind.

7. Optimale Indicatorkonzentration

Formel (17) erlaubt auch die günstigste Indicatorkonzentration zu berechnen. Man hat nur $\Delta p = 0$ zu setzen und die Gleichung nach C_I aufzulösen. Dann kommt

$$C_{I,\,\mathrm{opt.}} = 90 \cdot r \cdot C_I - \frac{10}{9 \cdot k}. \quad (19)$$

Je mehr sich r und k den Grenzwerten nähern und je kleiner C_M wird, desto kleiner wird auch $C_{I,\,\mathrm{opt.}}$, für das dann sogar negative Werte erhalten werden. Somit ist also der Formel die allgemeine Tendenz zu

entnehmen, daß die Indicatorkonzentration möglichst klein gehalten werden soll. Weiteres aus der Formel herauslesen zu wollen, ist nicht statthaft, denn es ist sinnlos, mehr als in einem sehr engen Bereich Mißverhältnisse der anderen Parameter, die um viele Zehnerpotenzen variieren können, mittels der nur in schmalen Grenzen veränderlichen Indicatorkonzentration ausbalancieren zu wollen. Für das praktische Arbeiten ist die Indicatorkonzentration nach unten durch die Intensität der auftretenden Färbungen und nach oben durch das Verhältnis zur Metallionenkonzentration begrenzt. Der damit abgesteckte Bereich wird im allgemeinen zwei Zehnerpotenzen für C_I kaum überschreiten.

8. Die Güte des Endpunktes

Gemäß den eingangs gemachten Voraussetzungen liegt der dem Auge wahrnehmbare Umschlagsbereich des Indicators zwischen $0{,}9 > \varphi > 0{,}1$. Die Steilheit der Kurve in diesem Bereich ist nun ein Maß, ob der Umschlag abrupt erfolgt oder schleppt. Natürlich dürfen wir nun nicht mehr auf p beziehen, sondern müssen eine Verbindung mit der Konzentration der verwendeten Maßlösung herstellen. Dies geschieht wie folgt. Wir halten an der Annahme fest, daß das Auge nur auf mindestens 10% Änderung in der Bindungsart des Indicators (Wechsel von gebunden nach frei) anspricht. Da der Endpunkt mit $\varphi = 0{,}1$ gegeben ist, sollte es als eben deutlich wahrnehmbar empfunden werden, wenn *ein* Tropfen der Maßlösung den Wechsel vollzieht, der in den Grenzen $0{,}2 > \varphi > 0{,}1$ liegt. Die hiermit parallel gehende Änderung der Konzentration von ÄDTA läßt sich aus Gl. (12) berechnen, indem man die beiden φ-Werte einsetzt und subtrahiert. Wenn man erlaubterweise r gegen -1 in einem analog der mittleren Klammer von (12) auftretenden Ausdruck vernachlässigt, erhält man

$$\Delta C_Y = 5 \cdot r \cdot C_M + 0{,}1 \cdot C_I + \frac{5}{36} \cdot \frac{1}{k} \,. \tag{20}$$

Wir setzen nun die Tropfengröße mit 0,05 ml an. Ferner sei n die Zahl der Tropfen, m die Molarität der ÄDTA-Lösung und V_e (ml) das Volum der Titrationsflüssigkeit im (und mit ausreichender Genauigkeit auch unmittelbar vor und nach dem) Endpunkt. Die zur Erreichung des Endpunktes noch zu titrierende Anzahl von Molen Metall ist dann $\Delta C_Y \cdot V_e \cdot 10^{-3}$. Auf die Maßlösung gerechnet beträgt diese Anzahl von Molen $0{,}05 \cdot n \cdot m \cdot 10^{-3}$. Daraus errechnet man ΔC_Y und setzt in (20) ein, wonach sich ergibt

$$\frac{0{,}05 \cdot n \cdot m}{V_e} = 5 \cdot r \cdot C_M + 0{,}1 \cdot C_I + \frac{5}{36 \cdot k} \,. \tag{21}$$

Mit dieser Formel kann man nun bei vorgegebener ÄDTA-Konzentration die zum Durchschreiten des Endintervalles benötigte Tropfenzahl oder für die Bedingung, daß ein Tropfen das abrupte Verschwinden der

letzten eben noch sichtbaren Färbung bewirken soll, die Mindestkonzentration der Maßlösung berechnen. Es läßt sich nun leicht zeigen, daß bei günstigen Bedingungen auch mit stark verdünnten Maßlösungen noch sehr brillante Farbwechsel erzielt werden. Setzen wir folgende Werte als vorgegeben: $r = 10^{-6}$, $C_I = 10^{-5}$, $k = 10^8$ und $V_e = 50$ ml, so erhalten wir für $n = 1$ (ein Tropfen Maßlösung bewirke den letzten Farbwechsel) die unter A in der Tab. 1 angeführten Mindestkonzentrationen der ÄDTA-Maßlösung. Der letzte Fall ist schon sehr ungünstig, weil die Indicatorkonzentration bereits 10% der Metallionenkonzentration beträgt. Gehen wir nun an die früher errechneten Grenzen und setzen $r = 10^{-4}$ und $k = 10^4$, so resultieren bei sonst gleichen Werten die Zahlen der Reihe B in Tab. 1.

Tabelle 1. *Konzentrationsgrenzen einer ÄDTA-Maßlösung für verschiedene Titrationsbedingungen*
(m = Molarität der ÄDTA-Lösung; C_M = Metallkonzentration

$C_M =$	10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}	
$m =$	$1{,}5 \cdot 10^{-3}$	10^{-3}	10^{-3}	Beispiel A
$m =$	$6{,}5 \cdot 10^{-2}$	$1{,}6 \cdot 10^{-2}$	$1{,}5 \cdot 10^{-2}$	„ B

Im ersten Falle ist also eine Mikrotitration (0,001 m ÄDTA) durchaus möglich, im zweiten jedoch nicht.

Natürlich läßt sich das Erscheinen der Endfarbe auch feststellen, wenn der Umschlag nicht durch einen einzigen Tropfen erfolgt. Dann wird aber das Schleppen sehr stark, die Festlegung des Endpunktes wird unsicher und der Fehler der Titration [nicht der nach (17) berechenbare systematische Fehler!] wird im Sinne einer Minderung der Reproduzierbarkeit der Bestimmung vergrößert.

Die Berechnung dieses Fehlers stößt auf große Schwierigkeiten. Diese sind nicht mathematischer Art. Man muß aber Intensität und Kontrarität der Grenzfarben des Indicators, Farbtüchtigkeit des Auges usw. in Rechnung stellen, Faktoren, deren exakte Angabe unmöglich ist. Immerhin ergibt sich jedoch, daß diese Unsicherheit durch eine „Pendeltitration", d. h. mehrfaches Einstellen des Endpunktes unter Verwendung einer ÄDTA- *und* Metallsalzlösung stark vermindert werden kann.

Zusammenfassung

Es werden vereinfachende Annahmen gemacht, die jedoch in den meisten praktischen Fällen zutreffend sind. Es werden auf dieser Basis Formeln entwickelt, die es gestatten, die Grenzbedingungen für komplexometrische Titrationen zu berechnen und auch über systematische Fehler Aufschluß geben. Die unterste Grenze für die Stabilitätskonstante des Indicatorkomplexes ist 10^4. Die Stabilitätskonstante des ÄDTA-

Komplexes muß um den Faktor 10^4 höher sein. Die Konzentration des Indicators soll so klein wie möglich sein.

Herrn Prof. Dr. G. Schwarzenbach, Zürich, sprechen wir für eine anregende schriftliche Diskussion und für die Durchsicht des Manuskriptes auch an dieser Stelle unseren herzlichsten Dank aus.

Literatur

[1] Fortuin, J. M. H., P. Karsten und H. L. Kies: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **10**, 356 (1954); vgl. diese Z. **145**, 271 (1955). — [2] Jacimirskij, K. B.: Ž. anal. Chim. **10**, 94 (1955); vgl. diese Z. **149**, 197 (1956). — [3] Lydersen, D., u. O. Gjems: diese Z. **138**, 249 (1953). — [4] Ringbom, A., u. E. Vänninen: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **11**, 153 (1954); vgl. diese Z. **145**, 294 (1955). — [5] Schwarzenbach, G.: Die komplexometrische Titration. Stuttgart: F. Encke 1955. — [6] Prof. Dr. G. Schwarzenbach, Zürich, Privatmitteilung.

Prof. Dr. H. Flaschka, National Research Centre, Dokki-Cairo, Ägypten

— —

Aus dem anorganisch-analytischen Institut der Universität Mainz

Die Abtrennung geringster Mengen von Osmium und Ruthenium durch Destillation

Beiträge zur analytischen Chemie der Platinmetalle. V*

Von

W. Geilmann und R. Neeb

Mit 1 Textabbildung

(Eingegangen am 20. Februar 1957)

Die Übertragung der zur Abtrennung von Osmium und Ruthenium gebräuchlichen Destillation auf die Bestimmung von Mikrogrammen beider Elemente ist an die Voraussetzung gebunden, daß nicht nur die Verflüchtigung aus einem relativ großen Flüssigkeitsvolumen sondern vor allem die restlose Kondensation der Dämpfe durchführbar ist und sich nicht Mengen der Bestimmung entziehen, die ihrer Geringfügigkeit halber bei der Verarbeitung von Milligrammen bedeutungslos, bei der von Mikrogrammen aber untragbar sind.

Das gilt gleichfalls für das Erwärmen oder Eindampfen wäßriger Osmium- bzw. Rutheniumlösungen, wobei ebenfalls geringste, für die Mikrobestimmung untragbare Verluste eintreten können. Wir haben eine eingehende Prüfung der Verhältnisse durchgeführt, über die im folgenden berichtet werden soll.

* IV. Mitteilung: diese Z. **154**, 23 (1957).

A. Verluste beim Eindampfen

Wurden salzsaure Lösungen der Hexachloride beider Metalle, enthaltend 30—70 μg Metall, mit 10 ml 6n Salzsäure, gesättigt mit Schwefeldioxyd, versetzt, in flachen Porzellanschalen von 6 cm Durchmesser oder in Mikrobechergläsern von 20 ml Inhalt bis zur Trockne auf dem Wasserbade eingedampft und im verbliebenen Rückstande nach dem Aufnehmen mit Salzsäure in der jetzt erhaltenen Lösung die Metalle bestimmt[4], so wurden sowohl beim Osmium als auch beim Ruthenium die angewandten Mengen innerhalb der Fehlerschwankungen des Bestimmungsverfahrens wiedergefunden. Eine Neigung zum Auftreten von Minuswerten konnte auch in größeren Versuchsreihen nicht beobachtet werden*.

Enthalten die einzudampfenden Lösungen Schwefelsäure, so treten Minderwerte auf, deren Größe von der H_2SO_4-Menge und der Erhitzungstemperatur und -zeit abhängt. Die Verluste sind beim Osmium größer als beim Ruthenium und steigen auf 50% und mehr der vorhandenen Metallmenge an. Sie sind in den flachen Schalen größer als in den Bechergläsern und immer begleitet von bräunlicher Verfärbung der Lösung oder sogar Ausscheidung bräunlicher Flocken, die beim Aufnehmen mit Salzsäure bestehen bleiben und Zersetzungsprodukte der Hexachloroverbindungen darstellen.

Bei Gegenwart von Alkalichlorid oder Ammoniumchlorid sind die Zersetzung und die Abscheidung von Flocken wesentlich geringer, aber doch nicht völlig unterbunden.

Erfolgt das Eindampfen der salzsauren, SO_2-haltigen Lösung bei Gegenwart von 0,1—0,5 ml 60%iger Perchlorsäure, so treten wesentliche, oft sogar völlige Verluste an Metall auf, sobald auf dem Wasserbade bis nahe zur Trockne eingeengt oder der feuchte Rückstand noch längere Zeit erhitzt wird. Die Verflüchtigung, die beim Osmium wesentlich stärker als beim Ruthenium ist, tritt erst in der letzten Phase des Eindampfens ein und unterbleibt praktisch vollständig, wenn nicht weiter als bis zu 1—2 ml Flüssigkeit im Becherglas auf dem Wasserbade eingeengt wird. Alkalichloride oder Ammoniumchlorid sind praktisch ohne Einfluß auf die eintretenden Verluste.

Beim Eindampfen schwach salpetersaurer Lösungen liegen die Verhältnisse ähnlich, die Verflüchtigung der Metalle tritt erst gegen Ende des Abdampfens ein, nachdem die Säurekonzentration genügend hoch gestiegen ist. Beispielsweise werden beim Eindampfen von 10 ml wäßriger Hexachloridlösungen mit 0,5 ml konz. Salpetersäure auf 2—3 ml keine

* Im Interesse der Kürze verzichten wir auf die tabellarische Anführung des gesamten sehr umfangreichen Zahlenmaterials der ausgedehnten Versuchsreihen und teilen im wesentlichen nur die zusammengefaßten Ergebnisse mit.

Tabelle 1. *Verluste beim Eindampfen von Osmium- und Rutheniumlösungen*

Gefäß	Zusätze	Ruthenium 35 µg		Osmium 30 µg		Bemerkungen
		gef.	Verlust	gef.	Verlust	
Porzellan-Schale	0,1 ml konz. Schwefelsäure	34,0	1,0	19,6	10,4	
Porzellan-Schale	0,05 ml konz. Schwefelsäure	30,0	5,0	24,5	5,5	Auf dem Wasserbad völlig eingeengt
Becherglas	0,1 ml konz. Schwefelsäure	34,8	0,2	27,8	2,2	
	0,05 ml konz. Schwefelsäure	35,5	—	30,9	—	
	0,1 ml Schwefelsäure + 50 mg KCl	34,8	0,2	29,6	0,4	
Porzellan-Schale	0,5 ml Perchlorsäure	21,5	13,5	0,0	30	zur Trockne
	0,5 ml Perchlorsäure	23,4	11,6	29,7	—	gerade eingedampft
	0,5 ml Perchlorsäure	35,4	—	30,8	—	auf 2 ml eingeengt
	0,2 ml Salpetersäure	8,2	26,8	—	30,0	zur Trockne
	0,2 ml Salpetersäure	34,7	0,3	8	22	auf 2 ml eingeengt
	0,2 ml Salpetersäure	28,4	6,6	—	30	zur Trockne
	0,2 ml Salpetersäure	35,1	—	22,0	8,0	auf 2 ml eingeengt

Verluste festgestellt, während beim weiteren Einengen auf dem Wasserbade eine weitgehende Verflüchtigung einsetzt. Beim Zusatz von mehr HNO_3 tritt die Verflüchtigung bereits früher ein (Tab. 1).

B. Verluste beim Erhitzen mit Schwefelsäure

Zur Erleichterung des Überganges bei der Destillation wird die vorhergehende Überführung der Hexachlorverbindungen in Sulfate durch Erhitzen mit konz. Schwefelsäure empfohlen[6a, b].

Um hierbei auftretende Verluste zu ermitteln, wurden die etwa 1 mg Metall entsprechenden Mengen von Na_2RuCl_6 bzw. Na_2OsCl_6 in Porzellanschalen von 5 cm Durchmesser mit 5 ml konz. Schwefelsäure übergossen und im Luftbade auf 200—300° C erhitzt. Hierbei entweichende Dämpfe wurden durch einen übergestülpten Trichter in eine mit verdünnter Natronlauge beschickte Absorptionsvorlage abgesaugt[3]. Das in dieser aufgenommene Metall wurde analytisch bestimmt.

Beim Ruthenium konnte nach 1stündigem Erhitzen auf 250—300° C kein Ruthenium in der Vorlage nachgewiesen werden. Die verdampfte Menge muß daher unter 2 µg liegen.

Dagegen sind beim Osmium merkliche Mengen übergegangen. Bei 1stündigem Erhitzen fanden sich in der Vorlage bei einer Erhitzungs-

temperatur von 200° C 20—25 μg, bei 250° C zwischen 70 und 80 μg und bei 300° C sogar 100 μg und mehr.

Diese anscheinend durch Oxydationswirkung bedingten Verluste unterbleiben bei Gegenwart von 200—300 mg Eisen(II)-sulfat in der Schwefelsäure, selbst wenn man auf mehr als 300° C erhitzt.

Weniger wirksam ist der Zusatz von Zinn(II)-chlorid, denn bei 300° C werden in 1 Std noch 20—25 μg Osmium verflüchtigt.

Hiernach ist für Rutheniumverbindungen ein Erhitzen mit konz. Schwefelsäure zulässig, für Osmiumverbindungen verbietet es sich, wenn nicht gleichzeitig ein geeignetes Reduktionsmittel, z. B. Eisen(II)-sulfat, in genügender Menge zugesetzt ist.

C. Die Destillationsapparatur

Auf Grund der bei der Arbeit mit Mikrodestillationsgeräten gewonnenen besonderen Erfahrungen ist die in Abb. 1 wiedergegebene Apparatur entwickelt worden.

Das Destillationsgut befindet sich im Kolben *A*, der mit seinem Schliffkonus in die Hülse des Destillationsaufsatzes faßt*. Diese Hülse ist kugelig aufgeblasen. Zentral ist ein Gaseinleitungsrohr eingeschmolzen, das bis dicht über den Boden des angesetzten Kolbens *A* reicht.

Auf das Gaseinleitungsrohr ist eine kugelförmige Erweiterung gesetzt, die einen Tropftrichter und ein seitliches Gaseintrittsrohr trägt.

Das eigentliche Destillationsrohr ist am oberen Ende der kugelig aufgeblasenen Schliffhülse angeschmolzen, es steigt zunächst schräg an, um als Spritzerfänger zu wirken, biegt dann schräg abwärts und ist so lang, daß es bis zum Beginn des kugeligen Teiles der angesetzten Vorlage *B*** reicht. Das Destillationsrohr trägt einen kurzen Kühler und einen Schliffkonus, der in den Hals des Kolbens *B* paßt.

Ein stärkeres Rohr ist möglichst hoch an diesen Konus gesetzt. Es führt zunächst schräg nach oben, biegt dann um und geht in ein längeres Rohr über, das in die mittels Schliff angesetzte Absorptionsvorlage führt. An den Verbindungskonus ist wiederum ein Glasrohr gesetzt, das zur zweiten Absorptionsvorlage führt, die in gleicher Weise angeschlossen ist. Der Conus dieses Einleitungsrohres besitzt ein seitlich angeschmolzenes Glasrohr, an das eine Wasserstrahlpumpe angeschlossen wird, mittels derer ein Luftstrom passender Stärke während der Destillation durch die Apparatur gesaugt werden kann.

Als Absorptionsvorlagen dienen Sechskugelrohre *C* mit Schliff, die auf die auf den Gaseinleitungsrohren aufgeschmolzenen Schliffe passen. Derartige Vorlagen benötigen geringe Flüssigkeitsmengen und zeigen trotzdem eine vorzügliche Wasch- und Absorptionswirkung. Diese Wirkung ist aber nur gewährleistet, wenn der äußere Durchmesser der Gaseinleitungsrohre mit dem inneren Durchmesser des engsten Teiles der Absorptionsvorlage in bestimmtem Verhältnis steht, das von der Strömungsgeschwindigkeit des durchstreichenden Gases und der Zähigkeit der Absorptionsflüssigkeit abhängig ist. Die Waschwirkung ist am besten, wenn der durchgesaugte Gasstrom die Flüssigkeit gleichmäßig in den Absorptionskugeln verteilt. Ist der Gasstrom zu stark, so steigt die Absorptionslösung in die obere Schutz-

* Es ist zweckmäßig, mehrere Destillationskolben mit gleichem Schliff und gleicher Länge, aber verschiedenem Inhalt zu beschaffen, wir benutzten Kolben von 50 ml und 100 ml Inhalt.

** Auch hiervon sind Kolben verschiedener Fassungsvermögen angebracht.

kugel, ist er zu gering, so bleibt sie in den unteren Kugeln. In beiden Fällen ist die Waschwirkung ungenügend. Um für einen Gasstrom verlangter Stärke die günstigste Waschwirkung zu erreichen, muß der Zwischenraum zwischen äußerer Wand des Einleitungsrohres und innerer Wand des Absorptionsrohres entsprechende Größe aufweisen.

Die Dichtung der verschiedenen Schliffe kann nicht mit Fetten erfolgen, für den Kolben *A* wird 1 Tropfen konz. Schwefelsäure, für die übrigen etwas Wasser verwandt.

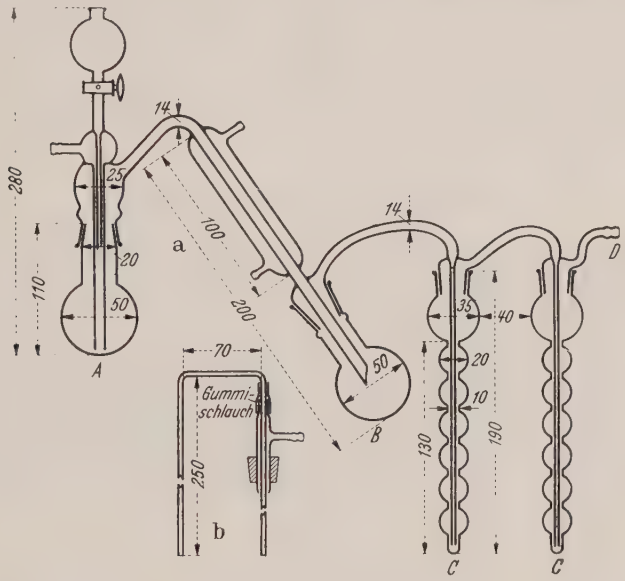


Abb. 1. Mikrodestillationsapparatur

Die Entleerung der Absorptionsvorlagen erfolgt am einfachsten durch einen Heber. In die zentrale Bohrung eines passenden Gummistopfens ist ein kurzes, nicht zu enges ⊢-Rohr eingesetzt, durch das ein ∩-förmig gebogener Heber aus dünnem Rohr geführt und mit einem übergeschobenen Gummischlauch verschiebbar festgehalten wird (Abb. 1 b). Wird der Stopfen auf das Absorptionsrohr gesetzt, das Heberrohr bis zu seinem Boden eingeschoben und durch den dritten Schenkel des Stückes mittels Gummiballes Luft eingepreßt, so wird die Flüssigkeit durch den zweiten Schenkel des Hebers herausgedrückt, wird aber Luft angesaugt, so kann durch das Heberrohr Flüssigkeit blasenfrei in das Absorptionsrohr gebracht werden.

Auch das Ausspülen der Rohre der Apparatur erfolgt bei angesetzten Absorptionsrohren durch Eindrücken oder Absaugen von Luft, wodurch die in die Absorptionsgefäße gebrachte Spülflüssigkeit in die Verbindungsrohre hereingedrückt oder abgesaugt wird.

D. Die Absorptionslösung für die Tetroxyde

Von den vorgeschlagenen Absorptionsflüssigkeiten ist für mikroanalytische Zwecke in erster Linie schwefeldioxydhaltige Salzsäure geeignet, da sofort die für die Bestimmung erwünschten Hexachloro-

verbindungen entstehen und unerwünscht große Salzmengen nicht anfallen. Die Säure ist leicht entfernbar.

Zu den Versuchen wurden jeweils 10 ml mit Schwefeldioxyd gesättigte 1n, 3n oder 6n Salzsäure mit frisch bereiteter Tetroxydlösung von Osmium oder Ruthenium versetzt und unter den in A aufgeführten Vorsichtsmaßnahmen eingedampft. Es ergab sich, daß die zugefügten, zwischen 20 und 70 μg schwankenden Metallmengen innerhalb der Fehlerbreite der Bestimmungsverfahren wiedergefunden wurden, einerlei ob das Einengen sofort nach der Zugabe der Tetroxyde oder nach langer Wartezeit erfolgte. Demnach dürfte die in der Literatur[1a, b] verlangte längere Wartezeit zur völligen Reduktion sich für Mikromengen erübrigen.

E. Auswahl des Oxydationsmittels

Von den vorgeschlagenen Oxydationsmitteln sind nur die anwendbar, die die colorimetrischen Osmium- oder Rutheniumbestimmungen nicht stören, also Permanganat, Chromat und Perchlorsäure.

Die für größere Osmiummengen recht brauchbare Destillation aus schwefelsaurer Kaliumpermanganatlösung[7] versagt bei Mikrogrammmengen, sobald eine Ausscheidung von Braunstein eintritt, wodurch die vollständige Destillation verzögert oder nahezu verhindert wird. Von 2—7 μg vorhandenem Osmium ging in die Vorlagen nichts über, von 30—50 μg gingen nur 60—80% über, sobald eine Braunsteinausscheidung eintrat.

Als vorzüglich geeignet erwies sich Chromsäure[2a, b], die als 20%ige wäßrige Lösung verwandt wurde. Sowohl in verdünnter als auch in konz. Schwefel- und Perchlorsäure erfolgte schnelle Oxydation beider Metalle.

Die Menge an Oxydationsmittel muß verhältnismäßig groß sein und 0,5—1 g CrO_3 auf 25—30 ml Lösung betragen, um sicher zu sein, daß auch nach einer Zersetzung beim Sieden ein genügender Überschuß verbleibt. Das gilt vor allem für die Verarbeitung von Lösungen, die Halogenide oder organische Stoffe enthalten.

Perchlorsäure[1a, b] ist ebenfalls als Oxydationsmittel brauchbar. Ruthenium wird sowohl aus dem Sulfat als auch aus der Hexachloroverbindung in flüchtiges Oxyd übergeführt. Beim Osmium wird das Sulfat etwas schwieriger, die Hexachloridverbindung aber nur sehr schwer und langsam oxydiert und verflüchtigt. Auf Zusatz von etwas Chromsäure erfolgt auch hier schnelle Oxydation.

Die Verwendung eines Perchlorsäure-Chromatgemisches bietet den Vorteil, daß beim Sieden eine dauernde Regeneration des Chromates einsetzt.

F. Versuche zur Festlegung der Arbeitsvorschrift

Von den zur Ermittlung der günstigsten Arbeitsbedingungen durchgeführten Versuche interessieren besonders die über die Absorption der Tetroxydämpfe sowie die über die Schnelligkeit der Destillation bei wechselnden Bedingungen.

Unterwarf man 1 mg Ruthenium der Destillation und bestimmte die bei verschiedener Geschwindigkeit des Treibgases in den aufeinander folgenden Vorlagen gebundenen Metallmengen für sich, so wurden bei einer Gasgeschwindigkeit von maximal 2 Blasen je Sekunde, (dies war die günstigste Geschwindigkeit für die Absorptionsvorlagen), in der ersten Vorlage 25 μg, in der zweiten weniger als 2 μg gefunden, während der Rest mit dem Destillat sich im Vorlagekolben fand. Wurde die Gasgeschwindigkeit auf 5 Blasen gesteigert, so gelangten in das erste Absorptionsrohr 60—75 μg, in das zweite 2—3 μg.

Unter gleichen Bedingungen fanden sich vom Osmium bei der Strömungsgeschwindigkeit von 2 Blasen/1 sec in dem ersten Absorptionsrohr 235 μg und im zweiten 12 μg; bei einer solchen von 5 Blasen/1 sec traten 500—600 μg in dem ersten und bis zu 200 μg im zweiten auf, einige Mikrogramme entzogen sich der Erfassung. — Für die Destillation des Osmiums ist demnach nur ein geringer Gasstrom zulässig, weil die Absorption der Tetroxyddämpfe schlechter als beim Ruthenium erfolgt und bei stärkerer Strömung die Gefahr von Osmiumverlusten gegeben sein kann.

Hinweise über Verlauf der Destillation unter wechselnden Arbeitsbedingungen zeigt die Tab. 2.

Tabelle 2. *Destillation von Osmium und Ruthenium aus verschiedenen Lösungen*

Destillationslösung	Angew. Salz	Ruthenium angew. 35 μg		Osmium angew. 35 μg	
		nach $^1/_2$ Std	nach 1 Std	nach $^1/_2$ Std	nach 1 Std
20 ml 2n Schwefelsäure	Hexachlorid	28,0	37,0	17,2	25,3
+5 ml Chromatlösung	Sulfat	27,0	34,9	24,0	35,3
20 ml Schwefelsäure (1:1)	Hexachlorid	—	—	20,3	30,2
+5 ml Chromatlösung	Sulfat	32,0	36,1	34,2	35,4
20 ml konz. Schwefelsäure	Hexachlorid	—	—	23,2	36,0
	Sulfat	34,8	35,3	34,2	35,6
30 ml 30%ige Schwefelsäure	Hexachlorid	12,0	34,6	18,0	20,9
	Sulfat	33,5	36,0	25,3	30,4
30 ml 60%ige Perchlorsäure	Hexachlorid	30,2	34,8	20,3	24,9
	Sulfat	34,9	35,2	34,4	35,3
20 ml 60%ige Perchlorsäure	Hexachlorid	—	—	24,9	35,7
+5 ml Chromatlösung	Sulfat	33,5	35,4	36,0	36,3

Es zeigt sich das schon betonte Verhalten der Hexachloroverbindungen und Sulfate beider Metalle sehr deutlich und weiter der Unterschied in der Schnelligkeit des Überganges von Ruthenium und Osmium. Für eine quantitative Abtrennung beider Elemente ist immerhin 1 Std erforderlich. In dieser Zeit können Mengen bis zu 150 μg übergetrieben werden, wie weitere Versuche dargetan haben.

Auf Grund der gesamten Erfahrungen wird für die Abtrennung von Mikrogramm-Mengen Osmium und Ruthenium die nachfolgende Arbeitsvorschrift vorgeschlagen.

Arbeitsvorschrift

10—20 ml der Metallsalzlösung, die bis zu 100 μg Osmium und Ruthenium enthalten können und möglichst frei von Salzsäure und Chloriden sein sollen, werden in den Destillationskolben *A* gegeben und mit soviel konz. Schwefelsäure versetzt, daß rund 50% davon vorhanden sind. Dann wird der Kolben an die Apparatur gesetzt, nachdem sein Schliff mit einigen Tropfen konz. Schwefelsäure befeuchtet ist. Bereits angeschlossen sind der Kolben *B*, beschickt mit 10—20 ml Absorptionsflüssigkeit, und die beiden Absorptionsvorlagen mit je 10—15 ml Absorptionslösung. Die bei *D* angeschlossene Pumpe wird in Betrieb gesetzt und ein Luftstrom solcher Stärke angesaugt, daß die Lösung in den Vorlagen richtig verteilt ist. Dann läßt man durch den Tropftrichter 5—10 ml Chromsäurelösung einfließen und erhitzt den Kolbeninhalt zum schwachen Sieden. Mit dem Abdampfen des Wassers steigt die Temperatur im Kolben *A* an, sie muß durch Einstellen des Brenners so einreguliert werden, daß nicht größere Mengen an Schwefelsäure verdampfen.

Nach Beendigung der Destillation, die 1—1½ Std in Anspruch nimmt, wird der Inhalt der Absorptionsvorlagen mit dem des Kolbens *B* und dem anfallenden Spülwasser vereinigt und unter den auf S. 412/3 gegebenen Richtlinien eingeengt, nachdem einige Milliliter gesättigter, wäßriger schwefliger Säure zugesetzt worden sind für den Fall, daß der Geruch nach SO_2 verschwunden sein sollte.

In dem eingeengten Destillat erfolgt die Bestimmung von Osmium oder Ruthenium nach dem früher[4] angeführten Verfahren oder ihre Trennung nach der ebenfalls bereits mitgeteilten Vorschrift[5].

Reagentien.

Käufliche 60%ige Perchlorsäure und konz. Schwefelsäure beide p.a.

Reduktionsflüssigkeit. Etwa 6n Salzsäure wird mit Schwefeldioxyd in der Kälte gesättigt.

Chromsäurelösung. 20%ige Lösung von CrO_3 p. a. in Wasser.

Ergänzungen zur Arbeitsvorschrift.

a) Müssen größere Flüssigkeitsmengen verwandt werden, so werden sie vor der Destillation am besten auf 20—50 ml eingeengt, da die Destillation aus kleinen Volumen wesentlich besser durchführbar ist als aus größeren.

b) Nitrate und Salpetersäure dürfen nicht vorhanden sein, da bereits Spuren die colorimetrische Bestimmung beeinflussen.

c) Sind geringe Mengen an Chloriden vorhanden, so ist ein Zusatz von 2—5 ml Perchlorsäure angebracht, um die Reduktion der Chromsäure zu vermeiden.

Enthält eine Lösung viel freie Salzsäure, so wird diese vor der Destillation durch Abdampfen weitgehend entfernt, wobei das (S. 412) zu Anfang Gesagte zu beachten ist.

d) Sind Osmium und Ruthenium neben organischen Stoffen zu bestimmen, etwa in Lösungen wie sie beim Ausschütteln ihrer organischen Verbindungen anfallen, so wird aus dem in den Destillationskolben übergeführten organischen Extrakt

zunächst das Lösungsmittel durch einen besonderen Kühler abdestilliert. Der hinterbliebene Rückstand, bestehend aus der organischen Verbindung mit mehr oder weniger beigemischtem Reagens wird mit 10 ml konz. Schwefelsäure übergossen, dann werden 3—5 ml Perchlorsäure sowie 10 ml Chromsäurelösung zugeführt und die Destillation ausgeführt, wobei unter Umständen noch ein weiterer Chromatzusatz sich als nötig erweisen kann.

Tabelle 3. *Beleganalysen*

Destillationslösung	Zusätze	µg Ruthenium			µg Osmium		
		angew.	gef.	Fehler	angew.	gef.	Fehler
2n H_2SO_4 + CrO_3	—	35,0	34,8	— 0,2	35,0	33,8	— 1,2
		36,0	38,4	+ 2,4	20,0	18,1	— 1,9
konz. H_2SO_4 + CrO_3	—	35,0	34,6	— 0,4	20,0	20,7	+ 0,7
		35,0	36,1	+ 1,1	35,0	36,2	+ 1,2
		12,0	13,2	+ 1,2	40,0	38,0	— 2,0
$HClO_4$ (1:1) + CrO_3	—	12,0	10,1	— 0,9	10,0	11,5	+ 1,5
		12,0	11,8	— 0,2	20,0	21,0	+ 1,0
2n H_2SO_4 + Cr_2O_3	5 g Na_2SO_4	35,0	35,8	+ 0,8			
	2 g Na-Molybdat	35,0	35,4	+ 0,4			
konz. H_2SO_4 + CrO_3	3 g $Cr_2(SO_4)_3$	35,0	35,8	+ 0,8	35,0	36,4	+ 1,4
	2 g Molybdat	35,0	34,9	— 0,1	35,0	37,1	+ 2,1
H_2SO_4 + CrO_3	1 g Pb	12,0	10,1	— 1,9	50,0	20,7	— 29,3
					25,0	18,1	— 6,9
$HClO_4$ + CrO_3	50 mg Pb	12,0	11,8	— 0,2	10,0	9,2	— 0,8
—	50 mg Pb	12,0	10,1	— 1,9	20,0	21,0	+ 1,0
konz. H_2SO_4 +	100 mg org.	28,5	28,2	— 0,3	60,0	60,2	+ 0,2
$HClO_4$ + CrO_3	Stoffe	57,0	57,6	+ 0,6	60,0	59,3	— 0,7

Die Tab. 3 zeigt die Leistungsfähigkeit des Destillationsverfahrens für die Abtrennung von Mikrogramm-Mengen an Osmium und Ruthenium sowohl aus reinen Lösungen wie auch aus Lösungen mit größeren Mengen an Begleitstoffen. Die Abweichungen zwischen angewandten und gefundenen Mengen sind nicht größer, als die Fehlerbreite der angewandten Bestimmungsverfahren, so daß das vorgeschlagene Arbeitsverfahren als zuverlässig gelten kann.

Störend macht sich ein größerer Bleigehalt bei der Destillation aus Schwefelsäure bemerkbar, da das ausfallende $PbSO_4$ den quantitativen Übergang verhindert. Erfolgt dagegen die Destillation aus Perchlorsäure und Chromat, so werden richtige Ergebnisse erhalten.

Zu beachten ist, daß überspritzende Bleispuren die colorimetrische Bestimmung stören.

Zusammenfassung

Die für die Abtrennung von Osmium und Ruthenium gebräuchliche Destillation als Tetroxyde aus saurer, oxydierender Lösung ist auch für Mikrogramm-Mengen beider Elemente anwendbar. Nach Ermittlung der

in diesem Bereich möglichen Fehlerquellen wird ein geeigneter Destillationsapparat beschrieben; es wird eine Arbeitsvorschrift für die Destillation mit Chromsäure und Schwefelsäure bzw. Perchlorsäure gegeben, deren Zuverlässigkeit belegt wird.

Metallmengen zwischen 5 und 100 μg können auf 5—10% genau erfaßt werden.

Literatur

[1a] Allan, W. J., and F. E. Beamish: Analyt. Chemistry **24**, 1608 (1952); vgl. diese Z. **140**, 386 (1953). — [1b] Sandell, E. B.: siehe [6b] S. 479. — [2a] Fritzmann, E.: Z. anorg. allg. Chem. **169**, 357 (1928). — [2b] Ruff, O., u. F. Bornemann: Z. anorg. allg. Chem. **65**, 438 (1910). — [3] Geilmann, W., u. A. Gänssle: Glastechn. Ber. **27**, 8, 284 (1954). — [4] Geilmann, W., u. R. Neeb: diese Z. **152**, 96 (1956). — [5] Geilmann, W., u. R. Neeb: diese Z. **156**, 420 (1957). — [6a] Gilchrist, R.: Bur. Standards J. Res. **6**, 446 (1931); vgl. diese Z. **92**, 384 (1933). — [6b] Sandell, E. B.: Colorimetric Determination of Traces of Metals, S. 480. New York, London: Interscience Publishers 1950. — [7] Wöhler, L., u. L. Metz: Z. anorg. allg. Chem. **149**, 298 (1925).

Prof. Dr. W. Geilmann, Mainz, Saarstraße 21

Aus dem anorganisch-analytischen Institut der Universität Mainz

Die Trennung von Osmium und Ruthenium durch Extraktion der Diphenylthioharnstoff- und der Tetraphenylarsoniumverbindungen

Beiträge zur analytischen Chemie der Platinmetalle VI*

Von

W. Geilmann und R. Neeb

(Eingegangen am 20. Februar 1957)

Die übliche Trennung von Ruthenium und Osmium durch oxydierende Destillation mit Salpetersäure macht dann Schwierigkeiten, wenn zur Bestimmung kleiner Mengen Ru bzw. Os die bereits mitgeteilten Farbreaktionen mit organischen Reagentien herangezogen werden sollen[4], da die sowohl mit dem Osmium übergehenden Anteile des Oxydationsmittels als auch die beim Ru im Destillationsrückstande verbleibenden Reste die Farbreaktion stören bzw. unmöglich machen. Die Entfernung des Oxydationsmittels etwa durch Eindampfen ist ohne merkliche Verluste nicht durchführbar.

Die Erfahrungen, die wir bei der Erprobung organischer Reagentien zur Bestimmung geringer Mengen von Platinmetallen machten, ließen erwarten, daß sich bei passender Auswahl extraktive Trennungsverfahren für Ru und Os ergeben würden.

* V. Mitteilung: diese Z. **156**, 411 (1957).

A. Die Trennung in Form der Diphenylthioharnstoffverbindungen

Für die colorimetrische Bestimmung geringer Rutheniummengen hat sich die unter bestimmten Versuchsbedingungen mit Diphenylthioharnstoff oder 2,4-Diphenylthiosemicarbazid auftretende Farbreaktion als brauchbar erwiesen[1]; es ist gezeigt worden, daß geringe Osmiumgehalte nicht störend in Erscheinung treten, während größere zu Plusfehlern führen. Um diese Reaktionen als Grundlage der Trennung beider Elemente verwenden zu können, prüften wir, ob es möglich wäre, Ruthenium quantitativ in die organische Phase überzuführen und gleichzeitig Osmium quantitativ in der wäßrigen Phase zurückzuhalten.

Zunächst führten wir Versuchsreihen mit reinen Rutheniumlösungen (Na_3RuCl_6) und Diphenylthioharnstoff in verschieden stark sauren Lösungen durch. Bei gleicher Arbeitsweise wie bei der colorimetrischen Bestimmung ergab sich, daß im Aciditätsgebiet von 2,5—6n Salzsäure 30 μg Ru praktisch quantitativ in die organische Phase übertraten und nur weniger als 0,5 μg Ru im wäßrigen Rückstand hinterblieb. In stärker saurer Lösung nahm die zurückbleibende Menge zu, um in 8,7n Salzsäure auf 7—8 μg anzusteigen.

Mit Ru-Mengen von 1 mg in 5—6n Salzsäure in gleicher Weise, aber mit 5 ml Reagenszusatz durchgeführte Versuche erwiesen, daß nach dem Ausschütteln noch 1% des angewandten Rutheniums, also 10 μg in der wäßrigen Phase verblieben. Dieser Rest konnte durch erneutes Erwärmen mit 2 ml frischem Reagens umgesetzt und anschließend ausgeschüttelt werden.

Unter den gleichen Versuchsbedingungen wird Osmium, sobald es als H_2OsCl_6 vorliegt, praktisch nicht extrahiert; eine Extraktion erfolgt erst nach der Reduktion mit Zinn(II)-chloridlösung.

In systematischen Versuchsreihen mit jeweils 700 μg Osmium, gelöst als H_2OsCl_6 in 15—20 ml Salzsäure steigender Konzentration, hat sich ergeben, daß mit steigender Acidität die in die Chloroformphase übertretende Osmiummenge absinkt; sie beträgt in 2,6n Salzsäure etwa 15 μg und in 7—8n Salzsäure 8 μg Os. Das sind aber Mengen, die die eigentliche Rutheniumbestimmung mit Diphenylthioharnstoff nicht mehr störend beeinflussen, sobald sie ursprünglich neben Ruthenium zugegen sind.

Daher wurde versucht, die beiden Elemente aus der Chloroformlösung zu isolieren und sie erneut mit Diphenylthioharnstoff in Umsetzung zu bringen, um das Ruthenium durch Messung der jetzt auftretenden Färbung zu erfassen.

Für die Abtrennung ergaben sich 2 Möglichkeiten, nämlich ein Zurückschütteln aus der Chloroformlösung in ein geeignetes Lösungsmittel oder die Bestimmung in der nach dem Abdestillieren des Chloroforms und der Zerstörung der organischen Stoffe anfallenden Lösung.

Ausschüttelungsversuche mit Wasser, wäßriger Lauge verschiedener Konzentration oder Lauge mit Wasserstoffperoxyd u. a. führten nicht zum Ziel, dagegen konnte durch Schütteln mit konz. Schwefelsäure der Zweck leicht erreicht werden. In der Säure lösten sich die Diphenylthioharnstoffverbindungen schnell mit brauner Farbe, wobei die Chloroformschicht völlig farblos wurde.

Die colorimetrische Bestimmung des Rutheniums in der schwefelsauren Lösung erweist sich aber auch nach dem Verdünnen mit Wasser als nicht möglich. Daher verbleibt als einfachste Isolierung von Os + Ru die Abtrennung durch Destillation, die auf Zusatz eines geeigneten Oxydationsmittels, das gleichzeitig die organischen Stoffe zerstört, zur konz. Schwefelsäurelösung möglich ist. Osmium und Ruthenium finden sich im Destillat, aber die jetzt vorhandene Osmiummenge stört die colorimetrische Bestimmung mit Diphenylthioharnstoff nicht mehr.

Die unmittelbare Bestimmung in dem nach dem Abdestillieren des Chloroforms anfallenden gefärbten Rückstand ist ebenfalls nicht durchführbar, da bei der zur Zerstörung der organischen Stoffe nötigen Oxydation auf nassem Wege merkliche Verluste eintreten, so daß auch hier die Abtrennung durch Destillation aus konz. Schwefelsäure unter Zusatz von Oxydationsmittel sich als zweckmäßig erweist, wobei nicht nur die organische Masse zerstört, sondern auch beide Metalle verflüchtigt werden und colorimetrisch im Destillat zu erfassen sind.

Wie Versuchsreihen mit reinen Rutheniumlösungen erweisen, führen beide Arbeitsverfahren zu befriedigenden Endergebnissen.

Vorzuziehen ist die Beseitigung des Chloroforms, da das quantitative Arbeiten und Ausschütteln mit der konz. Schwefelsäure meist als nicht besonders angenehm empfunden wird.

Nach den umfangreichen Vorversuchen und Überprüfungen der einzelnen Arbeitsabschnitte ergeben sich für die Bestimmung von Ruthenium neben Osmium die folgenden Arbeitsvorschriften, die je nach dem Mischungsverhältnis beider zur Anwendung kommen.

1. Bestimmung von Ruthenium neben viel Osmium

Man versetzt 5—20 ml Lösung der Hexachlorokomplexe beider Metalle mit soviel Salzsäure, daß die Lösung in bezug auf HCl mindestens 5 n, höchstens 7 n ist. Nach Zusatz von 2 ml Diphenylthioharnstoff (gesättigte methylalkoholische Lösung) wird 30 min auf 80° C im Wasserbade erwärmt. Nach dem Abkühlen wird die in einen Scheidetrichter übergeführte, gefärbte Lösung 3 mal mit je 10 ml Chloroform ausgeschüttelt. Die Extrakte werden nacheinander durch ein kleines trockenes Filter in den Destillationskolben der beschriebenen Apparatur[2] fließen gelassen. Dann wird das Chloroform durch einen besonderen Kühler abdestilliert.

Zum Destillationsrückstand gibt man 20 ml konz. Schwefelsäure, 5 ml Perchlorsäure (60%ig) und etwa 3 g CrO_3, schließt den Kolben an das Destillationsgerät für die Tetroxyde an und destilliert diese in die mit verdünnter Salzsäure und wenig schwefliger Säure beschickte Vorlage[2]. In dem Destillat, das jetzt wenige

Mikrogramme Osmium enthält, erfolgt die Rutheniumbestimmung nach der bereits gegebenen Vorschrift[1].

Sollen geringe Rutheniummengen neben sehr großen Osmiummengen erfaßt werden, so können noch störende Mengen an letzterem im Destillat auftreten. In solchen Fällen wäre die Wiederholung des angegebenen Trennungsverfahrens mit dem angefallenen Destillat erforderlich, um die einwandfreie Bestimmung des Rutheniums sicher zu stellen und mehr als 99,5% des Osmiums in der wäßrigen Lösung vorliegen zu haben.

Ist die Abtrennung der Metalle aus dem Chloroformextrakt durch 3—4maliges Ausschütteln mit jeweils 5 ml konz. Schwefelsäure erfolgt, so werden die Extrakte im Destillationskolben der Tetroxyddestillation gesammelt und nach Zugaben von 5 ml Perchlorsäure und 3 g CrO_3 der Oxydation und Destillation der Tetroxyde wie vorher unterworfen.

Soll neben dem Ruthenium auch das Osmium erfaßt werden, so werden die bei der Chloroformextraktion verbleibenden wäßrigen Lösungen quantitativ aus dem Scheidetrichter in eine Porzellanschale oder ein Becherglas übergeführt, auf dem Wasserbade eingeengt und die Bestimmung wird entweder gravimetrisch oder colorimetrisch mit 1,4-Diphenylthiosemicarbazid oder o,o′-Ditolylthioharnstoff durchgeführt[1].

Selbstverständlich muß auch die bei der eigentlichen Bestimmung hinterbliebene wäßrige Lösung, die nur wenig Osmium enthalten wird, mit der Hauptmenge vereinigt werden.

Als Beleg für die Leistungsfähigkeit des vorgeschlagenen Verfahrens seien die bei der Rutheniumbestimmung neben einem erheblichen Osmiumüberschuß gefundenen Zahlen in Tab. 1 mitgeteilt. Die Trennung wurde stets nur einmal durchgeführt.

Tabelle 1. *Rutheniumbestimmung neben viel Osmium*

Angewandt		gefunden	Abweichung	Verhältnis
mg Os	μg Ru	μg Ru	μg	Os:Ru
2,000	28,5	27,4	— 1,1	1:70
2,000	28,5	28,9	+ 0,4	1:70
10,000	28,5	27,9	— 0,6	1:375
10,000	28,5	28,0	— 0,5	1:375
3,000	8,4	9,4	+ 1,0	1:375
3,000	8,4	8,0	— 0,4	1:375
6,000	8,4	8,1	— 0,3	1:715
6,000	8,4	8,9	+ 0,5	1:715

Die anfallenden Werte sind durchaus brauchbar und selbst Bestimmungen von 28 μg Ru neben 10 mg Os oder 8,4 μg Ru neben 6 mg Os, also dem 715fachen Überschuß, sind bei einmaliger Durchführung der Destillation zufriedenstellend.

Die Endbestimmung des Rutheniums im Destillat kann mit gleicher Zuverlässigkeit auch mit 2,4-Diphenylthiosemicarbazid durchgeführt werden, jedoch empfiehlt sich dessen Verwendung nicht für die Trennung, da dann wesentlich größere Osmiummengen das Ruthenium begleiten.

2. Bestimmung von wenig Osmium neben viel Ruthenium

Kleine Mengen Osmium können neben größeren Mengen (mehreren Milligrammen) Ruthenium grundsätzlich in gleicher Weise wie beschrieben ermittelt werden, nur muß die Reagensmenge entsprechend erhöht und das Ausschütteln mehrfach wiederholt werden.

Gute Erfolge wurden nach folgender Vorschrift erhalten:

30—60 ml der 6n salzsauren Lösung der Hexachloroverbindungen werden mit 3—5 ml der alkoholischen Reagenslösung versetzt und 45 min auf 80° C erhitzt. Nach dem Abkühlen schüttelt man die blaue Rutheniumverbindung zunächst mit 20—30 ml, dann jeweils mit 5 ml Chloroform so lange aus, bis dieses farblos bleibt.

Die wäßrige, farblose Lösung wird auf dem Wasserbade eingedampft und im Rückstand das Osmium mit o,o'-Ditolylthioharnstoff nach der gegebenen Vorschrift[1] bestimmt.

Soll auch das Ruthenium erfaßt werden, so wird der Chloroformauszug, wie bereits beschrieben, weiter verarbeitet und das Ruthenium im Destillat ermittelt.

Nach dieser Vorschrift wurden für 35 μg Os neben 30 μg Ru 33,5 bzw. 36,0 μg Os und statt 50 μg Os neben 1 mg Ru 52,5 bzw. 51,8 μg Os gefunden, also Werte, die den meisten Ansprüchen genügen.

Bei dem günstigen Verteilungskoeffizienten der Osmiumverbindung erübrigt sich die Berücksichtigung der in die Chloroformschicht übertretenden Osmiummengen. Sie sind bei kleiner Osmiumkonzentration der wäßrigen Lösung so geringfügig, daß sie in die Fehlergrenze der eigentlichen Osmiumbestimmung fallen.

B. Die Trennung in Form der Tetraphenylarsoniumverbindungen

Die Tetraphenylarsoniumverbindungen der Hexahalogenverbindungen des Osmiums und Rutheniums unterscheiden sich in ihrem Verhalten beim Ausschütteln mit Chloroform so weitgehend, daß eine Trennung beider auf diesem Wege möglich ist[3]. Während die mit Tetraphenylarsoniumchlorid und Osmiumhexachlorid entstehende Verbindung durch Schütteln mit Chloroform leicht gelöst wird, erweist sich die des Rutheniums als nicht extrahierbar. Die Bromidverbindungen verhalten sich anders. Hier ist die Osmiumverbindung schwerer, die Rutheniumverbindung leichter löslich. Die Ergebnisse der durchgeführten Versuchsreihen sind im folgenden gekürzt wiedergegeben.

Zur Ermittlung der Verteilungsgleichgewichte wurden jeweils 10 ml Lösung entsprechender Acidität und bekannten Metallgehaltes mit 2 ml 1%iger wäßriger Reagenslösung versetzt und mit 10 ml Chloroform ausgeschüttelt. Bei den Osmiumversuchen wurde die in der wäßrigen Schicht verbliebene Menge bestimmt, während bei den Rutheniumversuchen die vom Chloroform aufgenommene Menge erfaßt wurde.

Hierbei ergab sich, daß die Chloridverbindung des Osmiums aus nahezu neutraler bis zu 0,3n salzsaurer Lösung zu 80—90% extrahiert wird. Der extrahierte Anteil vermindert sich mit steigender Acidität der Lösung und fällt in 1,2n Salzsäure auf etwa 60%.

Bei der Extraktion der Bromidverbindung aus nahezu neutraler Lösung beträgt die ausschüttelbare Menge 75%, um in einer 0,6n HBr-Lösung auf 25% abzusinken.

Bei den Rutheniumverbindungen wird vom Chlorid aus 0,01—2n salzsaurer Lösung praktisch kein Ruthenium gelöst; die Menge liegt jedenfalls unter der Nachweisbarkeitsgrenze von 0,1—0,2 μg Ru. Vom Bromid werden aus fast neutraler Lösung (p_H 5—6) 2% und aus 0,9n HBr-Lösung 0,7% gelöst.

Für eine Trennung kommen demnach nur die Hexachloride in schwach salzsaurer Lösung in Betracht.

Nach der folgenden Arbeitsvorschrift ist eine Trennung durchführbar, wie aus Tab. 2 hervorgeht.

Tabelle 2

Trennung von Osmium und Ruthenium über die Tetraphenylarsoniumverbindung

mg Ruthenium	μg Osmium		Fehler (μg)	Verhältnis Os: Ru
	angew.	gefunden		
2,0	60	58	—2	1:33
2,0	60	59	—1	1:33
5,0	60	61	+1	1:83
5,0	60	60	±0	1:83

Im Scheidetrichter werden 15—20 ml der Lösung der Hexachloroverbindungen, die bis zu 200 μg Osmium und bis zu 5 mg Ruthenium enthalten können, auf eine Acidität von 0,1—0,3n Salzsäure gebracht, mit 2 ml einer etwa 1%igen wäßrigen Lösung von Tetraphenylarsoniumchlorid versetzt, gemischt und mit 10 ml Chloroform ausgeschüttelt.

Die Chloroformschicht wird durch ein trockenes Filter in den Destillationskolben der Tetroxyddestillationsapparatur abgelassen. Unter jeweiligem Zusatz von 1 ml Reagenslösung wird die Extraktion mit 10 ml Chloroform noch 3mal wiederholt, wobei die jeweils anfallenden Chloroformextrakte durch das gleiche Filter gegeben und im Destillationskolben gesammelt werden.

Nach dem Abdestillieren des Chloroforms aus dem Wasserbade wird aus dem verbliebenen Rückstande das Osmium nach Zugabe von konz. Schwefelsäure, Perchlorsäure und CrO_3 in der beschriebenen Weise als Tetroxyd überdestilliert und im Inhalt der Vorlage nach Überführung in die Hexachloroverbindung colorimetrisch bestimmt.

Die Bestimmung des Rutheniums kann in dem wäßrigen Rückstand der Extraktion erfolgen.

Bei größeren Rutheniummengen (mehr als 5—10 mg) muß mit einem Verlust von einigen Mikrogrammen gerechnet werden, die in die Chloroformschicht übergetreten sein können.

Zusammenfassung

Für die Trennung geringer Mengen von Osmium und Ruthenium, die bei der oxydierenden Destillation gemeinsam verflüchtigt sind, werden 2 Möglichkeiten gezeigt; nämlich die extraktive Trennung mit Diphenylthioharnstoff und die mit Tetraphenylarsoniumchlorid.

Im ersten Fall wird Ruthenium extrahiert, im zweiten das Osmium, so daß sich beide Verfahren ergänzen. Für die Abtrennung kleiner Rutheniummengen von einem erheblichen Osmiumüberschuß ist die Diphenylthioharnstoffmethode geeignet, während die Trennung mit Tetraphenylarsoniumchlorid für das umgekehrte Mischungsverhältnis anwendbar ist.

Die jeweils abgetrennten Metalle werden durch erneute Destillation als Tetroxyde von den organischen Bestandteilen befreit und anschließend nach dem bereits mitgeteilten colorimetrischen Bestimmungsverfahren erfaßt.

Die optischen Messungen wurden mit dem von der Deutschen Forschungsgesellschaft zur Verfügung gestellten Spektralphotometer der Firma Zeiss, Oberkochen, durchgeführt.

Literatur

[1] Geilmann, W., u. R. Neeb: diese Z. **152**, 96 (1956). — [2] Geilmann, W., u. R. Neeb: diese Z. **156**, 411 (1957). — [3] Neeb, R.: diese Z. **154**, 23 (1957). — [4] Sandell, E. B.: Colorimetric Determination of Traces of Metals. New York, London: Interscience Publishers 1950.

Prof. Dr. W. Geilmann, Mainz, Saarstraße 21

Aus dem Institut für Warenkunde der Universität Turin, Italien

Komplexometrische Pyridinbestimmung

Von

A. Castiglioni

(Eingegangen am 14. März 1957)

Pyridin bildet mit Cadmiumchlorid eine Verbindung, der W. Königs u. R. Geigy[1] sowie W. Lang[3] die Formel $2\,C_5H_5N \cdot CdCl_2$ zuschreiben. Die Reaktion kann zum Nachweis des Pyridins in Alkoholen verwendet werden[6].

G. Malatesta u. A. Germain[4] haben, in der Absicht, die Reaktion zur Bestimmung des Pyridins zu benutzen, beobachtet, daß der Niederschlag nur dann der obengenannten Zusammensetzung entspricht, wenn man die Reaktion in einem schwach alkoholischen Medium (etwa 30 Vol-% Alkohol) vor sich gehen läßt. Mit Zunahme der Alkoholkonzentration erleidet die Verbindung $2\,C_5H_5N \cdot CdCl_2$ durch den Alkohol eine Zersetzung, indem sie sich zum Teil in die Verbindung $C_5H_5N \cdot CdCl_2$ verwandelt. Wenn man in einer Lösung von hochgrädigem Alkohol (nicht weniger als 90 Vol-%) operiert, besteht der Niederschlag gänzlich aus $C_5H_5N \cdot CdCl_2$; in dieser Form eignet sich die Verbindung zur Bestimmung des Pyridins.

S. Kragen[2] führt das Verfahren indirekt aus, indem er ein bekanntes Volumen von titrierter Cadmiumchloridlösung zur alkoholischen Pyridin-

lösung hinzufügt und nach Abtrennung des gebildeten Niederschlages die in Lösung verbliebene Chloridmenge ermittelt. Das Verfahren gibt gute Resultate.

Nach eigenen Versuchen eignet sich eine Modifikation des Verfahrens sehr gut zur Bestimmung des zum Vergällen der Alkohole benutzten Pyridins. Ich ermittle im Filtrat des $C_5H_5N \cdot CdCl_2$-Niederschlages nicht das Chlorion sondern die in Lösung verbliebene Cadmiummenge nach der von G. SCHWARZENBACH[5] vorgeschlagenen komplexometrischen Methode. Dieses Verfahren ermöglicht eine sehr große Genauigkeit; es können schon sehr kleine Mengen Cadmium und damit auch Pyridin sicher erfaßt werden.

Tabelle 1

Pyridin gegeben g	Pyridin gefunden g
0,006324	0,006328
0,006348	0,006259
0,006378	0,006444
0,01380	0,01382
0,03280	0,03275

Nebenstehend sind einige Analysenergebnisse zusammengestellt, die in 3 ml mit Pyridin vergälltem Alkohol erhalten worden sind. Die Zahlen zeigen, daß die Methode auch bei Anwendung winziger Flüssigkeitsmengen gestattet, in ganz kurzer Zeit vortreffliche Resultate zu erzielen.

Arbeitsvorschrift. Zu 3 ml der das Pyridin enthaltenden alkoholischen Lösung fügt man 3 ml einer 4%igen Cadmiumchloridlösung in 90grädigem Alkohol, läßt einige Minuten stehen und filtriert dann den Niederschlag durch einen Trichter mit porösem Porzellanboden G 4 (Schott & Gen.). Man wäscht ungefähr 10mal, jeweils mit etwa 3 ml 95grädigem Alkohol, verdünnt das Filtrat mit Wasser und neutralisiert mit verdünntem Ammoniumhydroxyd bis zum Beginn der Niederschlagsbildung. Die Flüssigkeit wird wieder klar, wenn man etwa 10 ml einer Pufferlösung von p_H 10 (35 ml Ammoniumhydroxyd[D 0,91] + 5,40 g Ammoniumchlorid + dest. Wasser bis 100 ml) hinzufügt. Nach Versetzen mit 10 Tropfen einer 0,4%igen Lösung von Eriochromschwarz T in Alkohol titriert man mit einer wäßrigen 0,1 m oder 0,02 m Lösung von Dinatriumäthylendiamintetraacetat (ÄDTA) bis zum Farbumschlag von Weinrot nach Blaugrün. Die gleiche Titration wird mit 3 ml der verwendeten Cadmiumchloridlösung ausgeführt. Aus der Differenz der bei den beiden Titrationen verbrauchten ÄDTA-Mengen berechnet man die im Niederschlag $C_5H_5N \cdot CdCl_2$ enthaltene Cadmiummenge. Der Pyridingehalt in der analysierten Flüssigkeit ergibt sich durch Multiplikation mit dem Faktor 1,421.

Literatur

[1] KÖNIGS, W., u. R. GEIGY: Ber. dtsch. chem. Ges. **17**, 594 (1884). — [2] KRAGEN, S.: Mh. Chem. **37**, 391 (1916); vgl. diese Z. **58**, 411 (1919). — [3] LANG, W.: Ber. dtsch. chem. Ges. **21**, 1578 (1888). — [4] MALATESTA, G., u. A. GERMAIN: Boll. chim. farmac. **53**, 225 (1914); vgl. diese Z. **54**, 373 (1915). — [5] SCHWARZENBACH, G.: Die komplexometrische Titration, S. 69. Stuttgart: F. Enke 1955. — [6] Diese Z. **49**, (1910): Amtl. Verordnungen u. Erlasse, S. 22.

Prof. A. CASTIGLIONI, Institut für Warenkunde, Piazza Arbarello 8, Turin (Italien)

Department of Chemistry, Andhra University, Waltair, India

Induced Reactions in Cerimetry

Part III

With Iron(II) as Inductor

By

G. Gopala Rao and P. Jagan mohan

(Eingegangen am 14. März 1957)

In Part II of this series*, it has been shown that oxalic acid interferes in the volumetric determination of iron(II) by ceric sulphate, contrary to the claims of Pound[1]. We have now carried out experiments to examine if other organic substances also cause interference in the cerimetric determination of iron(II). Pound claimed that tartaric acid, citric acid, cane sugar and alcohol do not interfere. The following substances have now been studied: (1). mandelic, tartaric, malic, citric and lactic acids; (2). methyl, ethyl, iso-propyl, n-butyl, tert.-butyl and iso-butyl alcohols, glycerol and mannitol; and (3) sugars: dextrose, fructose, lactose, galactose and sucrose.

We have observed that all the carboxylic acids enumerated above interfere, while the alcohols and sugars studied do not interfere.

Experimental

The ceric sulphate used in this study has been made from cerous oxalate not free from rare earths. The solution has been standardised against 'Analytical' grade iron wire.

All other materials employed in the investigation are of the "Reagent" grade. The experimental procedure is generally the same as described in Part II of this series.

We have made the interesting observation that when iron(II) is titrated with ceric sulphate in presence of lactic acid, the indicator (n-phenyl anthranilic acid) gets destroyed, if it is added to the titration mixture from the start. For this reason, the indicator has been added only towards the end and if necessary in repeated doses, in experiments where lactic acid is involved. The destruction of the indicator is very likely due to a coupled oxidation.

Interference of Carboxylic Acids. The results of our study on the interference of mandelic, tartaric, malic, citric, and lactic acids in the titration of iron(II) by ceric sulphate are summarised in Table 1. Our experiments have shown that the acids (except mandelic acid) do not interfere in the cerimetric determination of iron(II) when present in low concentrations. But when they are present in a high concentration, they do interfere as evidenced by the results in the Table 1.

* Part II see Z. analyt. Chem. **156**, 336 (1957).

Table 1. 10.0 ml of 0.03 N MOHR's salt solution + X ml of carboxylic acid solution + Y ml of 12 N sulphuric acid + Z ml of either syrupy phosphoric acid or saturated sodium fluoride solution + water to make upto 50 ml

Amount of iron(II) taken millimoles	Amount of carboxylic acid added millimoles	Overall concentration of H_2SO_4 normality	Substance added	Apparent amount of iron(II) found by cerimetric titration millimoles	Induction factor F
			Mandelic acid		
0.3207	0.3372	0.6	nil	0.3238	0.010
0.3207	1.0110	0.6	nil	0.3269	0.019
0.3207	1.6860	0.6	nil	0.3314	0.033
0.3207	3.3720	0.6	nil	0.3420	0.066
0.3207	1.6860	1.2	nil	0.3253	0.014
0.3207	1.6860	2.4	nil	0.3222	0.005
0.3207	1.6860	4.8	nil	0.3207	nil
0.3207	3.3720	0.6	0.5 ml of syrupy phosphoric acid.	0.3207	nil
0.3390	1.6860	0.6	2 ml of satd. NaF solution	0.3422	0.010
0.3390	1.6860	0.6	3 ml of satd. NaF solution	0.3390	nil
			Tartaric acid		
0.3405	0.0863	0.6	nil	0.3405	nil
0.3405	0.4315	0.6	nil	0.3405	nil
0.3405	0.8630	0.6	nil	0.3420	0.004
0.3405	4.3150	0.6	nil	0.3451	0.014
0.3405	8.6300	0.6	nil	0.3466	0.018
0.3405	17.2600	0.6	nil	0.3496	0.027
0.3405	8.6300	1.2	nil	0.3436	0.009
0.3405	8.6300	2.4	nil	0.3405	nil
0.3405	8.6300	4.8	nil	0.3405	nil
0.3405	17.2600	0.6	1 ml of syrupy phosphoric acid	0.3405	nil
0.3405	17.2600	0.6	1 ml of satd. NaF solution.	0.3405	nil
			Malic acid		
0.3207	0.1686	0.6	nil	0.3207	nil
0.3207	0.5058	0.6	nil	0.3207	nil
0.3207	1.6860	0.6	nil	0.3222	0.005
0.3207	5.0580	0.6	nil	0.3238	0.010
0.3207	8.4300	0.6	nil	0.3253	0.014
0.3207	16.8600	0.6	nil	0.3330	0.038
0.3207	8.4300	1.2	nil	0.3238	0.010
0.3207	8.4300	2.4	nil	0.3222	0.005
0.3207	8.4300	4.8	nil	0.3222	0.005
0.3207	8.4300	0.6	1 ml of syrupy phosphoric acid	0.3222	0.005
0.3207	8.4300	0.6	2 ml of syrupy phosphoric. acid.	0.3207	nil

Table 1 (continued)

Amount of iron(II) taken millimoles	Amount of carboxylic acid added millimoles	Overall concentration of H_2SO_4 normality	Substance added	Apparent amount of iron(II) found by cerimetric titration millimoles	Induction factor F
0.3390	8.430	0.6	nil	0.3452	0.018
0.3390	8.430	0.6	1 ml of saturated NaF solution	0.3422	0.009
0.3390	8.430	0.6	2 ml of saturated NaF solution	0.3390	nil
			Citric acid		
0.3327	0.115	0.6	nil	0.3327	nil
0.3327	0.575	0.6	nil	0.3343	0.005
0.3327	1.150	0.6	nil	0.3414	0.026
0.3327	5.750	0.6	nil	0.3589	0.079
0.3327	11.500	0.6	nil	0.3947	0.185
0.3400	5.750	0.6	nil	0.3639	0.078
0.3400	5.750	1.2	nil	0.3487	0.026
0.3400	5.750	2.4	nil	0.3443	0.013
0.3400	5.750	4.8	nil	0.3400	nil
0.3400	11.500	0.6	1 ml of syrupy phosphoric acid.	0.3400	nil
0.3400	11.500	0.6	1 ml of saturated NaF soln.	0.3451	0.014
0.3400	11.500	0.6	2 ml of saturated NaF soln.	0.3400	nil
			Lactic acid		
0.3147	0.101	0.6	nil	0.3147	nil
0.3147	1.011	0.6	nil	0.3147	nil
0.3147	10.110	0.6	nil	0.3161	0.004
0.3147	16.860	0.6	nil	0.3193	0.015
0.3147	33.720	0.6	nil	0.3222	0.024
0.3147	16.860	1.2	nil	0.3177	0.010
0.3147	16.860	2.4	nil	0.3177	0.010
0.3147	16.860	4.8	nil	0.3161	0.004
0.3147	16.860	0.6	1 ml of syrupy phosphoric acid.	0.3161	0.004
0.3147	16.860	0.6	2 ml of syrupy phosphoric acid.	0.3147	nil
0.3405	16.860	0.6	nil	0.3466	0.018
0,3405	16.860	0.6	2 ml of saturated NaF soln.	0.3422	0.005
0.3405	16.860	0.6	3 ml of saturated NaF soln.	0.3405	nil

From the results in the Table 1, it is evident that the acids undergo an induced oxidation by ceric sulphate with iron(II) as inductor. It will be seen that: (1) the value of the induction factor increases with increase in the concentration of the acceptor, while the concentration of the inductor is kept constant, (2) that an in-

crease in the concentration of sulphuric acid suppresses the induction in the case of tartaric and citric acids, but only decreases its extent in the case of mandelic, malic and lactic acids and (3) that phosphoric acid and sodium fluoride are good induction suppressors for all the acids enumerated above.

Influence of Sodium Fluoride on the Induced Interference of Oxalic Acid. In part II of this series, detailed results have been presented to show that oxalic acid interferes in the cerimetric estimation of iron(II). We have indicated that phosphoric acid suppresses the interference. We have now found that sodium fluoride also acts as an induction suppressor (see Table 2).

Table 2

Overall concentration of sulphuric acid: 0.6 N

Amount of iron(II) taken	Amount of oxalic acid added	Volume of saturated solution of NaF	Apparent amount of iron(II) found by cerimetric titration	Induction factor F
millimoles	millimoles	millilitres	millimoles	
0.3405	0.4315	nil	0.4010	0.177
0.3405	0.4315	1.0	0.3482	0.023
0.3405	0.4315	2.0	0.3405	nil
0.3405	0.8630	nil	0.4105	0.206
0.3405	0.8630	2.0	0.3436	0.009
0.3405	0.8630	3.0	0.3405	nil

Summary

1. It has been found that mandelic, tartaric, malic, citric and lactic acids interfere in the cerimetric titration of iron(II). The induction factor has been found to increase with increase in the concentration of the interfering substance and decrease with increase in the concentration of sulphuric acid.

2. Phosphoric acid and sodium fluoride have been found to be good induction suppressors.

3. Sodium fluoride has also been found to be a good suppressor of the induced interference of oxalic acid.

Reference

[1] Pound, J. R.: Chem. Engng. Mining Rev. **32**, 418 (1940).

Prof. G. Gopala Rao, Dr. Sc., Head of the Department of Chemistry, Andhra University, Waltair, India

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

II. Analyse anorganischer Stoffe

Literatur. P.-E. Wenger, D. Monnier und Y. Rusconi, *Analyse qualitative minérale.* Mit einem Vorwort von G. Charlot. XVIII, 315 Seiten. Verlag Georg & Cie S. A.; Genf 1955 und Dunod, Paris 1956. Preis geb. 2300 ffr.

In der qualitativen anorganischen Analyse von P.-E. Wenger u. Mitarb. liegt ein sehr erfreuliches, kurz gefaßtes, durchaus modernes Lehrbuch vor. In dem theoretischen Teil werden die wesentlichen Theorien und Gesetze der allgemeinen Chemie, soweit sie Beziehungen zur analytischen Chemie haben, kurz und sehr klar erläutert (das Verhalten der Säuren und Basen an Hand der klassischen Theorie und der Theorie von Brönsted). Den größten Raum des Buches beansprucht die Beschreibung der wichtigsten Reaktionen der Kationen und Anionen, wobei auf der Kationenseite auch die Ionen der selten vorkommenden Elemente (mit Ausnahme des radioaktiven Isotopen) Berücksichtigung finden. Bei jedem Element bzw. Ion sind in Tabellen die Löslichkeitsprodukte der schwer löslichen Verbindungen und die allgemeinen Reaktionen angegeben. Wenige ausgewählte, empfindliche und selektive Reaktionen, die zum unmittelbaren Nachweis geeignet sind, werden dann unter Angabe der Empfindlichkeit und unter sorgfältigem Hinweis auf etwaige Störungen durch Fremdelemente genauer beschrieben. Der letzte, praktische Teil des Buches bringt die ausführliche Beschreibung des Schemas der qualitativen Analyse (Schwefelwasserstoffgang). Eine Anzahl Tabellen enthält weitere wichtige Konstanten der Elemente und Ionen. Das Werk kann bestens empfohlen werden.

H. Kurtenacker

Alkalimetalle, Ammonium. *Die Trennung des Lithiums von Kalium und Natrium* gelingt nach G. A. Guter und G. S. Hammond[1] mit *Dipivaloylmethan*, $(CH_3)_3C\text{-}CO\text{-}CH_2\text{-}CO\text{-}C(CH_3)_3$, welches nur mit Lithium einen ätherlöslichen Chelatkomplex bildet. Das Metall wird mit einer ätherischen Lösung des Reagenses, in der dieses wahrscheinlich in der Enolform vorliegt, aus alkalischer Lösung extrahiert und dann mit Säure titriert. Die Titration kann nach Zugabe der gleichen Menge Eisessig mit einer Lösung von Überchlorsäure in Dioxan gegen Methylviolett ausgeführt werden. Besser ist es, die ätherische Lösung mit Wasser zu schütteln und dann mit wäßriger Salzsäure gegen Thymolblau zu titrieren. Eine kleine Menge Natrium geht beim Ausschütteln in die ätherische Phase über. Zur Korrektur schüttelt man öfter nacheinander aus und zieht den Säureverbrauch der letzten Ausschüttelung, die kein Lithium mehr enthält, vom Gesamtverbrauch ab. — *Ausführung.* Man schüttelt insgesamt viermal je 1 ml der alkalischen Probelösung 2 min mit 50 ml einer 0,1 n ätherischen Lösung des Reagenses und titriert jeweils 25 ml der ätherischen Auszüge nach dem Mischen mit dem gleichen Volumen Wasser mit 0,1 n Säure. Von den wäßrigen Anteilen vereinigt man so viel als möglich, schüttelt wieder zweimal je 1 ml in gleicher Weise aus und titriert. Zum Schluß wird von den wieder vereinigten wäßrigen Phasen 1 ml extrahiert und titriert. Der hierin gefundene Säureverbrauch gilt als Blindwert (Korrektur für Natrium). — Das Reagens kann nach C. R. Hauser und J. T. Adams[2] dargestellt werden.

G. Denk

[1] J. Amer. chem. Soc. **78**, 5166—5167 (1956). Atom. Energy Com., Ames, Iowa.
[2] J. Amer. chem. Soc. **66**, 1220 (1944).

R. M. Engelbrecht und F. A. McCoy[1] führen die *gewichtsanalytische Bestimmung von Kalium* bei Gegenwart von Ammoniumionen unter *Verwendung von Natriumtetraphenyloborat als Fällungsreagens* durch, indem sie die Ammoniumionen zunächst dem Vorschlag von W. Rüdorff und H. Zannier[2] entsprechend mit Formaldehyd in Urotropin überführen und dadurch unschädlich machen. — *Ausführung.* Ein aliquoter Teil der Probelösung mit einem Kaliumgehalt bis zu 45 mg und einem Gehalt an Ammoniumionen nicht über 150 mg wird mit 130 ml einer 37%igen Formaldehydlösung versetzt. Man mischt gut durch und läßt das Reaktionsgemisch im gut verstopften Kolben etwa 5 min stehen. Anschließend gibt man etwa 6 g festes Natriumhydroxyd zu, um eine Lösung zu erhalten, die annähernd 1 n an Natronlauge ist. Nachdem alles Natriumhydroxyd gelöst ist, wird zum Sieden erhitzt. Man gibt nun unter ständigem Schütteln langsam 50 ml einer frisch hergestellten 1%igen Natriumtetraphenyloboratlösung in 0,01 n Natronlauge zu, kühlt unter gelegentlichem Durchmischen auf Raumtemperatur ab, filtriert durch einen Glasfiltertiegel mittlerer Porengröße, wäscht den Niederschlag gut mit einer gesättigten wäßrigen Lösung von Kaliumtetraphenyloborat und trocknet bei 110° C bis zur Gewichtskonstanz. — Das beschriebene Verfahren ist genauer, billiger und schneller als die klassische Chloroplatinatmethode.

K. Machner

T. Gaspar y Arnal und J. Vega Bragado[3] beschreiben ein Titrationsverfahren für Kalium und Ammonium, das auf der Fällung der beiden Ionen als $K_2Ca[Fe(CN)_6]$ bzw. $(NH_4)_2Ca[Fe(CN)_6]$ beruht[4]. — *Ausführung.* Man versetzt 10 oder mehr ml der zu untersuchenden Lösung mit 20 bis 40 ml (einer überschüssigen Menge) $CaCl_2$- oder $Ca(C_2H_3O_2)_2$-Lösung und mit so viel Äthanol, daß die Lösung am Ende der Titration 50% davon enthält. Dann titriert man mit 2%iger $K_4Fe(CN)_6$-Lösung, bis ein herausgenommener Tropfen der Flüssigkeit beim Zufügen zu mit Essigsäure angesäuerter 10%iger Ammoniummolybdatlösung auf einer Tüpfelplatte Braunfärbung gibt. Der in dem Prüftropfen etwa mitgeschleppte Niederschlag von K_2- oder $(NH_4)_2Ca[Fe(CN)_6]$ reagiert nicht mit Molybdat, stört also die Endreaktion nicht. Vom Gesamtverbrauch an Maßlösung ist ein Blindwert der Reagentien abzuziehen. Die Resultate sind innerhalb weniger Zehntel Prozente reproduzierbar. — In einer Lösung, die *Kalium und Ammonium nebeneinander* enthält, gibt die Titration die Summe der beiden Ionen an. Zur Bestimmung von Kalium allein macht man einen aliquoten Teil der Lösung mit Natronlauge alkalisch, kocht das Ammoniak aus und behandelt den Rückstand wie oben angegeben. Der Ammoniumgehalt ergibt sich aus der Differenz.

A. Kurtenacker

Zur Bestimmung von Ammonium, Kalium, Rubidium oder Caesium nach deren Fällung als Tetraphenyloborate benutzt A. M. Amin[5] das von H. Flaschka und F. Sadek[6] angegebene Verfahren und verbessert nur die Endbestimmung. Der Durchlauf und die Waschflüssigkeit werden in einem weithalsigen 100 ml-Becherglas aufgefangen. Darin befinden sich 25 ml 0,01 n Natronlauge. Man fügt nach beendetem Durchlauf sofort 1 ml gesättigte Quecksilber(II)-chloridlösung hinzu, erhitzt auf dem Wasserbade und versetzt nach dem Erkalten mit soviel 10%iger Kaliumjodidlösung, daß eine klare Lösung entsteht. Nach Zugabe von 25 ml 0,01 n Salzsäure titriert

[1] Analyt. Chemistry **28**, 1772—1773 (1956). Monsanto Chemical Co., El Dorado, Ark. (USA).

[2] Diese Z. **140**, 241 (1953).

[3] Chim. analytique **38**, 343—352 (1956). Univ. Valladolid (Spanien).

[4] Gaspar y Arnal, T.: vgl. diese Z. **71**, 246 (1927); **95**, 448 (1933).

[5] Chemist-Analyst **45**, 65—66 (1956). Cairo Univ. Giza (Ägypten).

[6] Chemist-Analyst **45**, 20 (1956); vgl. diese Z. **154**, 271 (1956).

man die erwärmte Lösung mit 0,01 n Natronlauge gegen Methylrot bis zu einem orangefarbenen Ton. Die Formel: 0,0025 f (b—a) liefert die Milligramme an gesuchtem Kation, wenn darin f das Atomgewicht des Kations, und a und b die Milliliter der verbrauchten 0,01 n Normalbase bzw. -säure sind. Die erhaltenen Werte sind gut. R. Klement

Kupfer. N. A. Kiseleva, I. B. Megorskaja und M. I. Rozova[1] verwenden zur *Bestimmung kleiner Kupfermengen* das radioaktive Isotop ^{131}J; aus saurer Lösung fällt Kupfer auf Zusatz von markiertem Kaliumquecksilberjodid und o-Phenylendiamin als *Komplex* $[Cu(C_6H_8N_2)_2](HgJ_4)$. (M = 983,14; 6,43% Cu; 51,38 % J). Kleinere Kupfermengen als 0,05 g/l können nur unter Verwendung eines Sammlers, z. B. $Fe(OH)_3$, bestimmt werden. — *Analysengang.* 1 ml der zu untersuchenden neutralen Kupfersulfatlösung wird mit 0,1—0,2 ml einer 2%igen o-Phenylendiaminlösung, 1 Tropfen 0,5 n Schwefelsäure und 0,05—0,10 ml der markierten Kaliumquecksilberjodidlösung versetzt (zu einer gesättigten Sublimatlösung gibt man 10%ige KJ-Lösung, die ^{131}J enthält, bis sich der zuerst ausgefallene Niederschlag wieder gelöst hat; ein Überschuß KJ ist zu vermeiden). Der Niederschlag wird durch ein Papierfilter filtriert, wobei man auf eine möglichst gleichmäßige Schichtdicke achte. Vorsichtig wird 6 mal mit je 1 ml einer gesättigten o-Phenylendiaminlösung gewaschen, mit dem Filter getrocknet, worauf man beide Seiten mit Cellophanpapier bedeckt und dann die Radioaktivität mißt. Außerdem mißt man die Radioaktivität der zur Fällung verwendeten Kaliumquecksilberjodidlösung und bestimmt deren Jodgehalt. Aus den drei Werten wird der Cu-Gehalt berechnet. W. Böhm

Über die Bestimmung von Mikrogramm-Mengen Kupfer und Nickel durch komplexometrische Titration nach papierchromatographischer Trennung berichtet I. I. M. Elbeih[2]. Als Lösungsmittel zur Chromatographie dient die alkoholische Phase des Gemisches von 0,5 g Benzoylaceton, 50 ml n-Butanol und 50 ml 0,1 n Salpetersäure. Auf 18 × 52 cm großen Streifen Whatman-Nr. 1-Papier bringt man im Abstand von 3 cm je 0,01 ml der zu untersuchenden und einer in ihrer Zusammensetzung bekannten Lösung, hängt die obere Kante des Papiers in den Lösungsmitteltrog und chromatographiert, bis die Lösungsmittelfront 5 cm vom unteren Papierende entfernt ist. Nach dem Trocknen in einem heißen Luftstrom wird der Streifen der bekannten Lösung abgeschnitten und die Lage des Kupfers und Nickels durch Besprühen mit Ammoniumhydrogensulfidlösung ermittelt. An Hand dieser Flecken wird der Streifen der Untersuchungslösung auseinandergeschnitten. Jedes Papier wird 2 min mit 15 ml 50%igem Äthanol gekocht und das Metallion anschließend nach bekannten Verfahren[3] mit 0,001 m Äthylendiamintetraacetatlösung unter Zuhilfenahme von Murexid (1 Teil mit 400 Teilen Natriumchlorid vermischt) als Indicator titriert. Die Reproduzierbarkeit des Titrationsendpunktes wird mit 1—2 Tropfen angegeben, was etwa 6 μg Kupfer bzw. Nickel entspricht. Durch gemeinsame Titration mehrerer Papierstücke aus verschiedenen Chromatogrammen kann dieser Fehler beträchtlich verringert werden. Die Analysendauer beträgt etwa 1 Std. D. Jentzsch

Silber. Z. Vodák und O. Leminger[4] berichten über *eine spezifische Farbreaktion von Pyrogallolsulfophthalein (Pyrogallolrot) und seinem Dibromderivat mit*

[1] Zavodskaja Laborat. **22**, 1291—1292 (1956). [Russisch]. Staatl. Inst. ang. Chem.

[2] Chemist-Analyst **45**, 75—77 (1956). Cairo Univ. Giza (Ägypten).

[3] Flaschka, H.: Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta **39**, 38 (1952); vgl. diese Z. **137**, 453 (1952/53).

[4] Chem. Listy **50**, 2028—2029 (1956) [Tschechisch]. Verein f. chem. u. metallurg. Produktion, Aussig a. d. Elbe (Ústí n. L.) (ČSR).

Silberionen. Während viele Kationen mit den obigen Farbstoffen Blau- bis Rotfärbung geben, liefern Silberionen goldgelbe Lösungen. Eine ähnliche Färbung geben nur Goldionen. — *Nachweis von Silber.* In der *Proberöhre* versetzt man die Silbersalzlösung mit einigen Tropfen der 0,1%igen Lösung von Pyrogallolrot (PR) oder Brompyrogallolrot (BPR) in 50%igem Äthanol, läßt unter gelegentlichem Schütteln 15—20 min stehen und macht mit Ammoniak schwach alkalisch. Goldgelbe Färbung zeigt Ag mit der Empfindlichkeit p_D 3,6 in einem Volumen von 0,5 ml an. — *Auf Papier* (z. B. Sch. & Sch. Nr. 589[2]) bringt man 1 Tropfen Reagenslösung und setzt nach dem Trocknen in die Mitte des braunroten Tüpfels 1 Tropfen der zu prüfenden Lösung auf. Man läßt dann NH_3-Dämpfe einwirken und erhält im Falle der Anwendung von PR ein goldgelbes Tüpfel im rotvioletten Feld, im Falle von BPR ein grüngelbes Tüpfel in blauviolettem Feld. In Abwesenheit von störenden Ionen beträgt die Empfindlichkeit p_D 5,7—6. Zur Unterscheidung von Gold kann dienen, daß 1%ige Natriumdithionitlösung den Ag-Fleck schwärzt, den Au-Fleck unverändert läßt, während mit 1%iger $SnCl_2$-Lösung der Ag-Fleck unverändert bleibt, der Au-Fleck aber purpurrot wird. — Mn^{2+}, Al^{3+}, Fe^{3+}, SbO^{2+}, Th^{4+}, Bi^{3+}, V, UO_2^{2+}, Pt^{4+}, Sn^{2+} As^{3+} stören, wenn sie in 10fachem Überschuß gegenüber Ag zugegen sind. Andere Ionen senken die Empfindlichkeit des Ag-Nachweises um etwa eine Zehnerpotenz. Trägt man auf den auf dem Papier erhaltenen Fleck 1 Tropfen 0,01 m ÄDTA-Lösung auf und läßt wieder NH_3-Dämpfe einwirken, so stören nur noch Mn^{2+}, V, Fe^{3+}, Al^{3+}, Sn^{2+}, SbO^{2+}, As^{V}, Pt^{4+}.

A. Kurtenacker

Die Trennung des Berylliums von Aluminium und anderen Elementen gründen I. P. Alimarin und I. M. Gibalo[1] auf die Feststellung, daß sich Beryllium in Form seines Acetylacetonates bei p_H 9 mit organischen Lösungsmitteln quantitativ ausschütteln läßt, während Aluminium und andere Metalle (Fe^{III}, Cr, Co, Ni, Mn, Zn, Cd, Pb, Cu, Ca, Mg) nach Zusatz von Äthylendiamintetraacetat (ÄDTA) vollständig in der wäßrigen Phase verbleiben. Das abgetrennte Beryllium ist praktisch aluminiumfrei. Der Bestimmungsfehler übersteigt nicht 0,4%. Das beste Extraktionsmittel ist Tetrachlorkohlenstoff (geprüft wurden außerdem Chloroform, n-Butanol und Isoamylalkohol). Die ÄDTA-Konzentration sowie anwesende Sulfat-, Chlorid-, Nitrat- und Ammonium-Ionen beeinflussen die Berylliumextraktion nicht ungünstig. — Das Acetylaceton wird zur Reinigung (Entfernung der Essigsäure) mit $^1/_{10}$ seines Volumens an verdünntem (1:10) Ammoniak und 2 mal mit der gleichen Menge dest. Wasser behandelt und dann fraktioniert. — *Trennung des Berylliums von Aluminium.* 10—15 ml der zu prüfenden Lösung (p_H 4—5) werden im Scheidetrichter mit 12—15 ml 0,05 m wäßriger ÄDTA-Lösung, sodann mit 5 ml 15%iger wäßriger Acetylacetonlösung und 2 Tropfen konz. Ammoniak versetzt, gut umgerührt und mit 8 ml CCl_4 5—7 min geschüttelt. Die Extraktion wird 2mal mit je 5 ml Acetylacetonlösung, 2 Tropfen konz. Ammoniak und 8 ml CCl_4 wiederholt. Die 3 CCl_4-Fraktionen werden anschließend mit 20 ml Wasser und 15 ml konz. Salzsäure in einem zweiten Scheidetrichter extrahiert, wobei das Be in die wäßrige Lösung übergeht, die abgetrennt und fast zur Trockne eingedampft wird. Zum Rückstand werden 15—20 ml Wasser und 1 ml konz. Salzsäure gegeben, worauf man das Be mit Ammoniak fällt, glüht und als BeO wägt. Die nach der Abtrennung von Be beiseitegestellte Lösung wird mit 4—5 ml konz. Ammoniak und 5 ml Acetylaceton versetzt und mit 7 ml CCl_4 ausgeschüttelt. Die Ausschüttelung wird noch 2mal nach den gleichen Zusätzen wiederholt. Aus der organischen Phase wird das Al genau wie Be reextrahiert und schließlich als Al_2O_3 gewogen. — *Zur Bestimmung des Berylliums in Bronze* (2% Be, 97% Cu, geringe

[1] Ž. anal. Chim. **11**, 389—392 (1956) [Russisch]. (Mit engl. Zusammenfassung.) Lomonossow-Univ., Moskau.

Mengen Fe, Al und andere) löst man 150—300 mg Bronze in 10—15 ml Salpetersäure (1:3) unter Erwärmen, verdampft zur Trockne, löst den Rückstand in 20—40 ml dest. Wasser, versetzt die Lösung im Scheidetrichter mit einer wäßrigen 6%igen ÄDTA-Lösung [je 2 g ÄDTA (Dinatriumsalz) auf je 100 mg Legierung, Lösungsvolumen 90—120 ml], Ammoniak (1:1) bis zum schwachen Geruch, und nach dem Umrühren mit 3 ml Acetylaceton und 12 ml CCl_4. Man schüttelt 5—7 min und wiederholt die Extraktion noch 2mal mit je 3 ml Acetylaceton und 12 ml CCl_4. Das Be wird aus der organischen Phase wie oben reextrahiert und als BeO bestimmt. Nach Abtrennung des Berylliums wird die Prüflösung zum Zwecke der Extraktion von Al und Fe mit 5 ml konz. Ammoniak, 1 ml Acetylaceton und 12 ml CCl_4 versetzt und weiter wie oben behandelt. A. v. Wilpert

Magnesium, Calcium. *Zur Vereinfachung der komplexometrischen Titration* empfehlen E. Schütz und H. Schweizer[1] die Verwendung einer Bürette mit verschiebbarer Skala (Abb. 1). Die Bürette erhält eine spezielle Teilung, die so gewählt wird, daß bei Verwendung von 0,05 m ÄDTA-Lösung die Einheiten auf der Bürette je 10 mg CaO entsprechen. Bei einer Einwaage von 1 g sind also die Büretteneinheiten auch Prozente CaO. Die Einteilung für das Magnesium ist auf eine verschiebbare Skala eingeätzt. Da 56,08 g CaO 40,32 g MgO äquivalent sind, haben die Teilstriche auf der Mg-Skala größeren Abstand als auf der Ca-Skala. Man titriert also zunächst das Calcium in einem aliquoten Teil der Probelösung, der 1 g Analysenmaterial entspricht und liest auf der Bürette die Prozente CaO ab. Der Nullpunkt der verschiebbaren Skala wird auf den abgelesenen Skalenteil für CaO eingestellt, die Bürette wieder aufgefüllt und dann in einem weiteren aliquoten Teil die Summe von Ca und Mg titriert. Die Differenz zwischen der zweiten und ersten Ablesung entspricht dem MgO-Gehalt und kann auf der MgO-Skala direkt in Prozenten abgelesen werden. — Diese Einrichtung wird auch für die Titration anderer Lösungen, in denen 2 Stoffe durch das gleiche Titrationsmittel bestimmt werden, empfohlen. Die Büretteneinteilung ist dann sinngemäß herzustellen. K. Machner

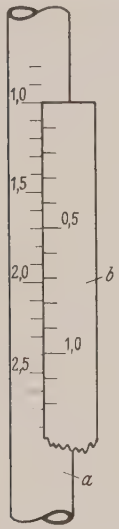


Abb 1. Bürette mit verschiebbarer Skala nach Schütz und Schweizer. *a* Büretterohr mit Calciumteilung; *b* verschiebbare Skala mit Magnesiumteilung

Nach V. Tichomírova und O. Šimáčková[2] können *kleine Mengen Calcium (wenigstens 1,5 mg CaO) neben großen Überschüssen an Magnesium (bis zu 50 mg MgO)* komplexometrisch titriert werden, wenn man die Ausfällung von $Mg(OH)_2$ in der alkalischen Lösung durch Zugabe von Weinsäure (nicht mehr als 200 mg) verhindert. Als Indicator dient ein Gemisch von Murexid und Naphtholgrün, zur weiteren Verbesserung des Farbumschlages wird eine kleine Menge Hydroxylamin zugegeben. Kieselsäure und Sesquioxyde werden bei der Analyse von Carbonaten (Dolomit, Magnesit) oder Silicaten nach üblichen Methoden vor der Ca- und Mg-Bestimmung entfernt. Für Schnelluntersuchungen genügt es auch, die Kiesel-

[1] Chimia **10**, 214—215 (1956). Landwirtsch. Vers.-Anst. Zürich-Oerlikon (Schweiz).

[2] Chem. Listy **50**, 1925—1927 (1956) [Tschechisch]. Forsch.-Inst. f. Baumaterialien, Brünn (ČSR).

säure durch Kochen der Lösung mit Salzsäure in kolloide Form überzuführen. Wenn sich bei der Untersuchung SiO_2-reicher Materialien mit Salzsäure gelatinöse Kieselsäure abscheidet, raucht man mit Flußsäure und Schwefelsäure bis zum Entweichen dichter Nebel (nicht bis zur Trockne) ab. Al und Fe können dann bei der Ca-Bestimmung mit festen Triäthanolaminhydrochlorid maskiert werden; bei der Bestimmung von Ca + Mg gibt man außerdem etwas festes KCN zu. — *Ausführung.* Man bringt die zu untersuchende Probe in passender Weise durch Behandeln mit Säure oder durch Schmelzaufschluß in Lösung, scheidet Kieselsäure und Sesquioxyde ab oder behandelt wie angegeben und benutzt zur Ca-Bestimmung einen aliquoten Teil des Filtrates, der wenigstens 0,15 mg CaO und nicht mehr als 50 mg MgO enthält. Man verdünnt mit Wasser auf 200 ml, gibt 0,2 g Weinsäure und 0,05 g Hydroxylaminhydrochlorid zu, bringt mit Natronlauge auf p_H 12 und titriert mit 0,05 m ÄDTA-Lösung unter Zusatz einer kleinen Menge des Mischindicators (0,2 g Murexid + 0,62 g Naphtholgrün B, verrieben mit 100 g NaCl) bis zum Farbumschlag von schmutzigem Violett nach Blau. Da die Endfarbe nur 10 sec bestehen bleibt, muß man rasch titrieren. In einem zweiten aliquoten Anteil der ursprünglichen Lösung titriert man die Summe Ca + Mg wie üblich in ammoniakalischer, gepufferter Lösung unter Verwendung von Eriochromschwarz T als Indicator. Mg ergibt sich aus der Differenz.

A. Kurtenacker

Zink. I. M. Korenman, F. R. Šejanova, E. A. Demina und M. I. Šapošnikova[1] berichten über die Bestimmung von Zn und Cu durch Titration mit Kaliumcyanoferrat(II) bezw. Ammoniumtetrarhodanomercurat(II) unter Verwendung von radioaktiven Indicatoren. — *Arbeitsweise. Zur Zinkbestimmung als Cyanoferrat(II)* bringt man gleiche Volumina der zu untersuchenden Lösung in Zentrifugengläser und gibt 1 ml Zinksalzlösung mit etwa 0,14 mg radioaktivem ^{65}Zn hinzu, worauf man mit einem Tropfen Salzsäure (1:1) ansäuert und so weit mit Wasser verdünnt, daß das Gesamtvolumen nach Zusatz der Kaliumcyanoferrat(II)-lösung 3 ml ausmacht. In die einzelnen Gläser bringt man nun verschiedene Volumina der Cyanoferratlösung (0—1 ml), zentrifugiert den ausgefallenen Niederschlag und bringt aus jedem Glas 0,2 ml der überstehenden Flüssigkeit auf Filtrierpapier, worauf man trocknet und die Radioaktivität bestimmt, die man gegen die verbrauchten Milliliter aufträgt und durch Extrapolation die Milliliter ermittelt, die der Radioaktivität Null entsprechen. Durch die Extrapolation werden die durch Löslichkeit und wechselnde Zusammensetzung des Niederschlags bedingten Fehlerquellen ausgeschlossen. Bei einem Zn-Gehalt von 1,4—0,4 mg/ml übersteigt der Fehler kaum 3%. — Die Methode ermöglicht auch die *gemeinsame Bestimmung von Cu und Zn.* Als Indicator wird wieder ^{65}Zn verwendet; Cu fällt zuerst, die Radioaktivität bleibt konstant, so lange Cu noch in Lösung ist. Anschließend fällt Zn, und die Radioaktivität ändert sich entsprechend. Die Cyanoferratlösung ist langsam zuzusetzen und die Flüssigkeit zu schütteln, da sonst etwas Zn mit dem Cu ausfällt. Es wurden die Konzentrationsbereiche untersucht: Cu 0,1—0,8 mg/ml, Zn 0,5—0,8 mg/ml. Analog wird *Zink durch Fällung mit Ammoniumtetrarhodanomercurat(II)* bestimmt. Als Indicator wird ^{65}Zn oder ^{203}Hg verwendet. Man löst rund 5 g Quecksilbernitrat in einem 100 ml-Maßkolben in etwas Wasser, und setzt eine kleine Menge ^{203}Hg-Salz hinzu. Dann gibt man tropfenweise gesättigte Ammonrhodanidlösung zu, bis die Lösung klar wird, worauf man mit einigen Tropfen Salpetersäure (1:1) ansäuert und auffüllt. Man erhält eine ungefähr 0,3 n Lösung, die entsprechend zu verdünnen ist. Titriert wird wie oben beschrieben und die Radioaktivität von 1 ml der klaren Mutterlauge gemessen. — Ein weiterer Indicator ist ^{60}Co; Kobalt fällt mit Zinktetrarhodanomercurat gleichzeitig mit dem Zink; die Titer von Ammoniumquecksilber-

[1] Zavodskaja Laborat. **22**, 1143—1149 (1956) [Russisch]. Univ. Gorki.

rhodanidlösungen gegen ^{60}Co und ^{65}Zn fallen also zusammen. Co wird in einer Menge von nur 1—2 μg/ml zugesetzt, und braucht daher bei der Berechnung des Zn-Gehaltes nicht berücksichtigt zu werden. — Die obige Methode wurde auf die *Zn-Bestimmung in Magnesiumlegierungen sowie in Bronze und Messing* angewendet. Im Messing wird gleichzeitig Cu bestimmt, als Indicator dient ^{65}Zn. — *Analysengang für Legierungen.* 0,5—1,5 g Magnesiumlegierungen werden in Salpetersäure (1:1) gelöst, zur Entfernung von Stickoxyden wird eingedampft, sodann in einem 50 ml-Meßkolben aufgefüllt und das Zn nach der oben beschriebenen Methode bestimmt. Bei der Messinganalyse wird 0,1 g in Salpetersäure gelöst, in einen 100 ml-Meßkolben gebracht; es werden gleichzeitig Cu und Zn bestimmt. Der Zn-Gehalt in Bronze wird nach der elektrolytischen Abtrennung des Cu festgestellt. W. Böhm

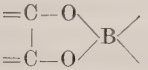
Cadmium. *Zur amperometrischen Titration von Cadmium mit Kaliumjodidlösung in Gegenwart von überschüssigem Pyramidon* und zur *gemeinsamen Titration von Cadmium und Wismut bzw. Cadmium und Zink* benutzen A. K. Ždanov, V. A. Chadejev und E. K. Makrickaja[1] einen visuellen Polarographen mit einer Quecksilbertropfelektrode. Als Anode dient eine gesättigte Kalomelelektrode, die mit der Lösung durch einen Heber mit Natriumnitrat verbunden ist; an die Elektroden wird eine Spannung von 1 V angelegt. Man bringt die Lösung auf p_H 2 bis 5 und fügt einen 5—10fachen molaren Überschuß von Pyramidon hinzu; die Cd-Konzentration soll nicht kleiner als 0,002 Mol/l sein. Aus neutralem oder schwach saurem Medium fällt ein Niederschlag der Formel $(Pyr)_2CdJ_2$. Dieser ist in Mineralsäuren löslich und geht nach einiger Zeit in $(Pyr)_2H_2CdJ_4$ über; dieses Salz aber ist für eine Titration aus stark sauren Medium nicht schwer genug löslich. Sulfat-, Tartrat- und Nitrationen stören auch bei großem Überschuß nicht, Acetationen sind bis zu 6fachem Überschuß zulässig, die Chlorionenkonzentration darf jedoch nicht höher als 0,001 m sein. Zn, Mn, Co, Ni und NH_4^+ stören auch im Überschuß nicht, Fe^{2+}, Fe^{3+} und Al stören nicht, wenn sie in kleinerer Menge als Cd vorhanden sind. Pb ist durch Natriumsulfat auszufällen; Bi wird aus siedender Lösung mit NH_3 ausgefällt; ein Abfiltrieren des $Bi(OH)_3$-Niederschlages ist nicht notwendig. — *Bestimmung von Bi und Cd.* Es wird bei 0,4 V in 4,5—6 n Schwefelsäure bei einem Überschuß an Pyramidon gearbeitet; nur das Bi fällt unter diesen Bedingungen als Tetrajodowismutat des Pyramidons. Die Methode ist anwendbar, wenn nicht mehr als die 6fache Menge Cd gegenüber Bi vorhanden ist. In einem anderen Teil der Lösung wird Cd wie oben bestimmt. — *Zn und Cd.* Zuerst wird Cd mit KJ in Gegenwart von Pyramidon gefällt; dann wird die Lösung 0,1 m an Natriumacetat gemacht und mit Äthylendiamintetraacetat(ÄDTA)-lösung bei 1,3 V titriert. — Es ist auch eine Titration durch Messung des Anodenstroms des KJ bei + 0,1 V möglich, nur muß ein größerer Überschuß Pyramidon zugesetzt werden. — *Legierungen mit Cd und Zn.* Die Legierung wird in Salpetersäure (1:1) gelöst und in einer Probe wird Bi, in einer anderen Zn bestimmt. — *Legierungen mit Al, Zn, Cd, Mn.* Die Legierung wird in Schwefelsäure (1:5) gelöst, vom Al wird mit H_2S abgetrennt. Die Sulfide werden in Schwefelsäure (1:5) gelöst, dann werden Cd mit KJ und Pyramidon und Zn mit ÄDTA-Lösung wie oben titriert. W. Böhm

Untersuchungen über die funktionelle analytische Gruppe für den Borsäurenachweis haben L. Sommer und M. Hniličková[2] angestellt. Es werden die Färbungen beobachtet, die zahlreiche Farbstoffe vom Typus der Phthaleine, Sulfonphthaleine, Rhodamine, Triphenylmethane, Indigoide, Phenazine, Thiazine,

[1] Zavodskaja Laborat. **22**, 1286—1290 (1956) [Russisch]. Mittelasiatische staatl. V. I. Lenin-Univ.

[2] Chem. Listy **50**, 1573—1579 (1956) [Tschechisch]. Univ. Brünn (ČSR).

Azo- und Bisazofarbstoffe mit Borsäure beim Eindampfen der alkoholischen Lösungen, sowie in 20%iger Salzsäure und in konz. Schwefelsäure geben. Zum Teil werden auch die Absorptionsspektren der Lösungen aufgenommen. Aus den Versuchen ergibt sich, daß die Ansicht von I. M. Korenman und F. R. Šejanova[1] daß die funktionelle Gruppe der Formel



entspreche, unzureichend ist, da viele Farbstoffe mit Borsäure reagieren, die diese funktionelle Gruppe nicht besitzen. A. Kurtenacker

Gallium. E. N. Vinogradova und N. N. Čudinova[2] untersuchen eingehend das *polarographische Verhalten des Galliums* in Anwesenheit verschiedener Anionen und Komplexbildner. Auf Grund der Versuchsergebnisse besteht die Möglichkeit der quantitativen Galliumbestimmung in Kaliumrhodanidlösung bei Zusatz von Äthanol als Maximumunterdrücker. Geeigneter ist jedoch ein Verfahren, das auf der polarographischen Messung *in Gegenwart von Salicylsäure* im optimalen p_H-Bereich 2,8—3,4 beruht. Bei einem 8fachen molaren Überschuß an Salicylsäure finden sie ein Halbstufenpotential von — 0,85 V (wird weniger Salicylsäure zugesetzt, so tritt eine Stufe auf, die der Reduktion des Ga aus dem nicht komplex gebundenen Ga entspricht; ein mehr als 8facher Zusatz zeigt keinen Einfluß). Die Stufe des Ga besitzt in Gegenwart von Salicylsäure kein Maximum, im Konzentrationsbereich $1 \cdot 10^{-5}$ bis $5 \cdot 10^{-3}$ Mol/l Ga ist die Stufenhöhe proportional der Konzentration. In diesen Grenzen bleibt auch der Wert des Halbstufenpotentials konstant, während bei einer weiteren Erhöhung der Konzentration die lineare Abhängigkeit zwischen Stromstärke und Konzentration nicht mehr besteht und das Halbstufenpotential negativere Werte annimmt. Bei Temperaturerhöhung wird das Halbstufenpotential nach der positiven Seite verschoben: $\Delta E_{1/2}/\Delta t = 8$ mV für 10—50° C. Form, Höhe der Stufe und Potential des Galliumsalicylats ändern sich nicht in Gegenwart eines großen Überschusses an Sulfat-, Nitrat- und Chloridionen. Die Na-, K- und Ammoniumsalze dieser Säuren können also als Grundelektrolyte dienen.

I. P. Alimarin und E. P. Cincevič[3] beschreiben *chromatographische Methoden zur Trennung des Galliums von Zink und anderen Metallen.* Die Trennung Gallium-Zink kann in Gegenwart der Komplexbildner Weinsäure, Oxalsäure, Sulfosalicylsäure oder Äthylendiamintetraacetat (ÄDTA) bei verschiedenen p_H-Werten erfolgen. Die Chromatographiersäule von 1 cm Durchmesser und 75 cm Höhe enthält 10 g Kationit (Harz SBS) vom Korndurchmesser 0,5—1 mm. Der Kationit wird in der H- oder NH_4-Form verwendet und ist nach jeder Operation mit 6 n Salzsäure zu regenerieren. — Zur *Trennung des Galliums und Zinks von Fe und Cu* läßt man 50 ml der zu untersuchenden Lösung (z. B. mit einem Gehalt von etwa 5 mg Ga, 50 mg Zn, 10 mg Fe und 10 mg Cu) durch die Säule mit dem Kationit in der H-Form fließen und eluiert dann Ga und Zn mit 30 ml 10%iger Natronlauge unter Nachwaschen mit 50 ml Wasser. Das Eluat wird mit konzentrierter Salzsäure angesäuert, worauf die *Trennung Gallium-Zink* nach einer der folgenden Methoden durchgeführt werden kann. a) *Mit Weinsäure.* In ammoniakalischer Tartratlösung sind Zn und Ga als $[Zn(NH_3)_4]^{2+}$ und $[Ga(C_4H_4O_6)_3]^{3-}$ vorhanden. Man bringt den Austauscher mit Ammoniak in die NH_4-Form, wäscht aber nicht völlig NH_3-frei, um einen p_H-Wert von 9—10 beizubehalten. Nach Durchlaufen der Lösung durch die Säule findet sich

[1] Ž. anal. Chim. **7**, 128 (1952); vgl. diese Z. **138**, 274 (1953).

[2] Zavodskaja Laborat. **22**, 1280—1284 (1956) [Russisch]. Staatl. Univ. Moskau.

[3] Zavodskaja Laborat. **22**, 1276—1279 (1956) [Russisch]. Staatl. Univ. Moskau.

Ga im Filtrat und wird mit Kupferron bestimmt. Zn wird quantitativ zurückgehalten und kann mit 80—100 ml 10%iger Salzsäure ausgewaschen und polarographisch oder mit Anthranilsäure bestimmt werden. Geht man von 5 mg Ga und 5—500 mg Zn aus, so werden nach den mitgeteilten Analysen in den Eluaten 97,0—99,6% des Ga und 94,5—99,1% des Zn wiedergefunden. b) *Mit Oxalsäure.* Der Komplex $[Ga(C_2O_4)_3]^{3-}$ ist bei p_H 9—10 recht beständig. Man arbeitet mit ammoniakalischer Oxalsäurelösung wie oben. Zn wird polarographisch oder bei größeren Mengen gravimetrisch bestimmt, die Ga-Bestimmung erfolgt mit Oxin. Man findet bei den obigen Mengenverhältnissen 89,5—96,5% des Ga und 96,9—99,2% des Zn. c) *Mit Sulfosalicylsäure.* In ammoniakalischem Medium und 35—40fachem Überschuß an Sulfosalicylsäure bei p_H 9—10 bildet Ga wieder ein negatives Komplex-Ion, das durch den NH_4-Kationit läuft. Gefunden werden nach den Beleganalysen 93,6 bis 97,8% des Ga und 98,6—99,5% des Zn. d) *Mit ÄDTA.* Die Trennung ist möglich bei p_H 4—5 und 2fachen Überschuß an ÄDTA. Nur Ga bildet ein negatives Komplex-Ion, das durch die Säule mit dem Austauscher in der H-Form läuft. Bei den Mengenverhältnissen wie oben findet man: 98,1—99,6% des Ga und 97,0 bis 99,3% des Zn. W. Böhm

Thallium. *Zum Nachweis* dampfen K. P. Stoljarov und N. N. Grigorev[1] eine KJ-Lösung mit einer Tl^+-haltigen Lösung ein und regen die gebildeten KJ-Kristalle mit UV-Licht der Wellenlänge 254—313 mμ zur Photoluminescenz an. Die Methode erfordert keine vorherige Aufbereitung und ermöglicht den Nachweis von 0,001 μg Tl in einem Tropfen. Von Fremdmetallen wirken Zn oder Ni selbst in der 200000fachen Menge, Cd in der 400000fachen Menge nicht störend. Fe^{3+}, Hg_2^{2+}, Cu^{2+}, Pb^{2+} stören, da die entstehenden Jodide die Luminescenz sehr schwächen, bzw. die ausfallenden Niederschläge Häute bilden, die UV-Licht stark absorbieren. Wird Jod durch längeres Erhitzen entfernt, so können noch 0,12 μg Tl bei den folgenden Grenzverhältnissen des Tl zum störenden Kation nachgewiesen werden: $Tl^+ : Fe^{3+} = 1:4300$; $Tl^+ : Cu^{2+} = 1:2600$; $Tl^+ : Pb^{2+} = 1:2600$; $Tl^+ : Hg_2^{2+} = 1:1000$. Große Mengen an Fe und Pb sind komplex an KCN zu binden. Das Verfahren wurde an Erzproben für die Schwefelsäuregewinnung, an Co-Ni-Erzen und Konzentraten erprobt, die nach der Spektralanalyse einen Tl-Gehalt von 0,001—0,1% hatten. — *Ausführung.* Man bringt eine kleine Menge der trockenen Probe auf einen Quarzobjektträger und fügt nacheinander je einige Tropfen konzentrierte Salzsäure und 0,5 n KJ-Lösung zu. Die bei 150—200° C vorsichtig getrocknete Lösung betrachtet man unter einem Luminescenzmikroskop. In Abhängigkeit von dem anwesenden Tl-Gehalt erhält man eine gelbgrüne oder blaue Photoluminescenz.

V. P. Gladyšev und G. A. Tolstikov[2] *bestimmen Thallium colorimetrisch* durch Messung der violetten Farbe des Oxydationsproduktes, das Tl^{3+} mit p-Aminophenolsulfat in saurer Lösung gibt. Zink, Cadmium und Arsen stören nicht, Kupfer stört nur bei einer Konzentration von über 0,5 mg/ml, Eisen wird durch Fluorid oder Phosphat gebunden. Das Lambert-Beersche Gesetz ist bei Thalliumkonzentrationen von 0,0005—0,5 mg/ml erfüllt, die Fehlergrenze übersteigt nicht $\pm$ 2%. Das Maximum der Lichtabsorption des Oxydationsproduktes liegt bei etwa 570 mμ. Bei derselben Wellenlänge ist die Absorption von Paraaminophenolsulfat gleich Null. Die Messung erfolgt mit einem Lichtfilter vom Durchlässigkeitsbereich 590—610 mμ. Es wird ein Photocolorimeter verwendet, doch erhält man auch durch visuellen Vergleich völlig befriedigende Werte. — *Ausführung.* Zur Aufstellung der Eichkurve geht man von einer Lösung von 0,6517 g

[1] Zavodskaja Laborat. **22**, 1030—1032 (1956). [Russisch]. Univ. Leningrad.
[2] Zavodskaja Laborat. **22**, 1166—1168 (1956) [Russisch]. Univ. Kasan.

chemisch reinem Thalliumnitrat in 500 ml destilliertem Wasser (1 mg Tl/ml) aus. 50 ml dieser Lösung versetzt man mit 50 ml 2 n Schwefelsäure und 10—15 ml Bromwasser und erhitzt zur Entfernung der Hauptmenge Brom ohne zu kochen. Nach dem Abkühlen zerstört man den Rest Brom mit 1 ml einer 25%igen Lösung von Phenol in Essigsäure und füllt das Ganze auf 500 ml auf. Diese Lösung (0,1 mg Tl/ml) ist 3—4 Wochen haltbar. Man versetzt steigende Mengen der Lösung mit 0,05—0,1 g trockenem p-Aminophenol und mißt die Farbe 20 min später wie oben angegeben. — Das zu untersuchende Material wird in Schwefelsäure (1:1) gelöst (0,05—0,1 g bei einem Thalliumgehalt > 1%; 0,2—1 g bei 0,1—1%; 5—10 g bei 0,005—0,01%). Man dampft ein, nimmt mit Wasser auf, filtriert die Lösung durch ein hartes Filter, wäscht das ausgeschiedene Bleisulfat mit schwefelsäurehaltigem Wasser und dampft das Filtrat auf 60—70 ml ein. Hierauf gibt man 5—10 ml Bromwasser zu und entfernt den Bromüberschuß wie oben; dann wird zur Bindung des Eisens Phosphorsäure zugesetzt und auf 100 ml aufgefüllt. Zu einem Teil der Lösung fügt man 0,05—0,1 g trockenes p-Aminophenol und colorimetriert nach 20 min.

W. Böhm

Blei. J. Vřešťál und S. Kotrlý[1] stellen fest, daß sich für die *komplexometrische Bleibestimmung* der Disazofarbstoff *Brillantkongoblau BFL als Indicator* besser eignet als das meist angewendete Eriochromschwarz T. Die intensiv blaue Lösung von Brillantkongoblau färbt sich auf Zusatz von Bleisalz ziegelrot, das Absorptionsmaximum der Lösung des Farbstoffs verschiebt sich dabei von 578 mμ zu 506 mμ. Der Farbumschlag ist am schärfsten bei p_H 6,1—7,5. Ba^{2+}, Cr^{3+}, Hg^{2+}, Al^{3+} und Co^{2+} geben mit dem Indicator ähnliche Färbungen wie Blei. Ammonium-, Kalium- oder Natriumnitrat stören die Bleibestimmung auch in großen Konzentrationen nicht. Ebensowenig stören Acetate oder kleine Mengen Chlorid. In ammoniakalischer Lösung kann Blei neben Ag^{+} und Mg^{2+} bestimmt werden, Erdalkalien erhöhen die Titrationsergebnisse, andere Metalle werden mittitriert. Der Farbumschlag von Brillantkongoblau ist so scharf, daß das Titrationsende auch sehr gut photometrisch bestimmt werden kann. 10—250 mg Blei lassen sich unter den Bedingungen der Arbeitsvorschrift genau titrieren. — *Ausführung. Indicator.* Das Brillantkongoblau BFL des Handels (Agfa, Berlin) wird zur Befreiung von Beschwerungsmitteln mit 2n Salzsäure verrieben, dann 7mal mit 2n Salzsäure dekantiert und filtriert. Man wäscht zur Entfernung der überschüssigen Säure mit Alkohol-Äther (1:30), trocknet bei 40° C und verwendet zur Titration unmittelbar den festen Farbstoff, da seine Lösungen unbeständig sind. — *Ammoniakalische 0,025 m ÄDTA-Lösung.* Man löst 9,82 g Dinatriumäthylendiamintetraacetat in etwa 400 ml Wasser, gibt 18 ml 2n Ammoniaklösung zu und füllt auf 1000 ml auf. 25 ml dieser Lösung versetzt man mit 20 ml 1n $CaCl_2$-Lösung und neutralisiert mit 0,4n NH_4OH-Lösung gegen Phenolrot. Die dazu verbrauchte Menge 0,4n NH_4OH-Lösung (umgerechnet auf die Gesamtflüssigkeitsmenge) setzt man der Maßflüssigkeit noch zu. Die Titerstellung erfolgt gegen eine Lösung von reinem PbO in Salpetersäure. — Zur *Bleibestimmung* neutralisiert man die zu untersuchende Lösung mit Ammoniak auf etwa p_H 5 (p_H-Papier), verdünnt auf 75 ml (bei mehr als 200 mg Pb auf 100 ml) und gibt eine Spur Indicator zu. Scheidet sich dabei ein Niederschlag ab, so löst man ihn in einigen Tropfen 1n Salpetersäure und neutralisiert wieder mit Ammoniak (etwa 0,1 n). Hierauf titriert man mit der ammoniakalischen ÄDTA-Lösung. Wenn sich die Lösung unmittelbar vor dem Titrationsende violett färbt, bringt man durch 2—4 Tr. 0,1n Ammoniaklösung wieder auf ziegelrote Farbe und titriert bis zur Blaufärbung zu Ende. Die wäßrige Lösung des Farbstoffs dient zum Farbvergleich.

[1] Chem. Listy **50**, 1775—1779 (1956) [Tschechisch]. Militärtechn. Akad. Brünn.

J. Vřešťál und J. Havíř[1] berichten in Zusammenhang mit der vorstehenden Arbeit über die *komplexometrische Bleibestimmung* unter Verwendung von *Brenzcatechinviolett* als *Indicator*. Der günstigste p_H-Wert für die Titration ist p_H 5,5. Der Farbumschlag von Blau nach Gelb ist dabei scharf und es tritt noch keine Hydrolyse der Bleisalze ein. Um die während der Titration mit ÄDTA-Lösung freiwerdende Säure zu neutralisieren und den optimalen p_H-Wert aufrecht zu erhalten, fügt man der Lösung Hexamethylentetramin (Urotropin) zu. Für die Titration größerer Bleimengen genügt dieser Zusatz nicht, wenn man wie üblich mit der Lösung des Dinatriumsalzes von ÄDTA titriert. Die Verff. empfehlen deshalb eine Maßlösung, die ihrer Zusammensetzung dem Tetraammoniumsalz von ÄDTA entspricht. Die Bleibestimmung wird durch die mehrfachen Mengen Mg, Sr oder Ba sowie durch Natriumnitrat nicht gestört. Ca-Salze verschlechtern den Farbumschlag und verursachen zu hohe Resultate. — *Ausführung. Maßlösung.* Man löst 32 g der freien Äthylendiamintetraessigsäure in Wasser unter gleichzeitigem Titrieren mit 1 n NH_4OH-Lösung bis zur Gelbfärbung von Methylrot. Man fügt dann noch 92% des Verbrauches an 1 n NH_4OH-Lösung zu und verdünnt mit Wasser zu 1 l. Die erhaltene Lösung darf den p_H-Wert einer gegen Methylrot-Methylenblau (p_H 5,5) neutralisierten $CaCl_2$-Lösung nicht ändern, andernfalls muß man den p_H-Wert mit verdünnter Salpetersäure oder Ammoniak neu einstellen. — *Bestimmung.* Die 1—500 mg Pb enthaltende Lösung wird mit verdünnter Ammoniaklösung bis zur beginnenden Trübung neutralisiert, die man in einem Tropfen Salpetersäure löst. Nach Zugabe von 2 Tropfen 0,1%iger wäßriger Brenzcatechinviolettlösung und 10%iger Urotropinlösung bis zur Blaufärbung titriert man mit der ÄDTA-Lösung bis zum Farbwechsel nach Grau. Man versetzt nun mit etwa 1 ml 10%iger wäßriger Urotropinlösung und titriert die wieder blau gewordene Lösung bis zu rein gelber Farbe zu Ende. Ein neuer Urotropinzusatz soll nicht mehr blau färben, andernfalls wird weitertitriert. A. Kurtenacker

Titan. *Spektrophotometrische Untersuchungen analytisch wichtiger Komplexe des Titans in Lösung.* A. Okáč und L. Sommer berichten in Ergänzung früherer Mitteilungen[2] ausführlich über ihre neuen Untersuchungen an den Titankomplexen mit *Sulfosalicylsäure* (I)[3], *Chromotropsäure* (II), 1,8-*Dihydroxynaphthalin* (III)[4], *Brenzcatechin* (IV), *Tiron* (Brenzcatechin-3,6-disulfonsäure (V)[5], *Pyrogallolcarbonsäure* (VI) und *Gallussäure* (VII)[6]. In allen Fällen liegen in den stärkst sauren Lösungen Komplexe von der Zusammensetzung TiR (R = Reagens-Anion) vor. Bei Herabsetzung der Acidität treten dann Komplexe mit höherem R-Gehalt auf, z. B. TiR_2 bei den Komplexen mit I, II, IV, V, VI, VII, dann TiR_3 bei II, IV, V, VII, nicht bei I und VI. Die Komplexe mit II zeichnen sich durch gewisse besondere Eigenschaften aus. Hier sind in Abhängigkeit von der Acidität, der Größe des Reagensüberschusses, der Salzkonzentration und Ionenstärke Komplexe von den Zusammensetzungen TiR, TiR_2, TiR_3, $Ti(OH)R_3$ und TiR_4 nachweisbar. Für alle diese Komplexe werden Angaben in bezug auf die Beständigkeitsbereiche, die Farben (Absorptionsmaxima) u. a. m. gemacht. — L. Sommer[3] berichtet auch über die *analytischen Reaktionen von Salicylsäure und einigen ihrer Derivate mit zahlreichen Metallionen.* Von praktischer Bedeutung sind die *Reaktionen von* Ti^{4+}, Fe^{3+},

[1] Chem. Listy **50**, 1851—1853 (1956) [Tschechisch].

[2] Okáč, A., u. L. Sommer: Chem. Listy **47**, 659 (1953); **49**, 1093 (1955); vgl. diese Z. **143**, 52 (1954); **151**, 430 (1956).

[3] Sommer, L.: Chem. Listy **50**, 1702—1710 (1956) [Tschechisch]. Univ. Brünn.

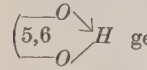
[4] Okáč, A., u. L. Sommer: Chem. Listy **50**, 1711—1728 (1956) [Tschechisch].

[5] Sommer, L.: Chem. Listy **50**, 1729—1745 (1956) [Tschechisch].

[6] Okáč, A., u. L. Sommer: Anal. chim. Acta **15**, 345—355 (1956).

MoO_4^{2-}, UO_2^{2+} und NbO_3^- mit Salicylsäure, PAS, m-Kresotinsäure und β-Resorcylsäure. Bei p_H 4—5,5 haben die Titanreaktionen mit diesen Säuren die Empfindlichkeiten p_D = 4,9; 4,9; 4,9; 4,6. Acetylsalicylsäure reagiert nicht. — Analytische Bedeutung haben ferner die Reaktionen einiger *o-Diphenole* mit Metallen[1], und zwar die Reaktionen von *Brenzcatechin* (BC), *Tiron* (TN) und *Brenzcatechinaldehyd* mit Fe^{3+}, die Reaktionen von VO_3^- mit *BC* in neutralem oder schwach ammoniakalischem Medium, mit *TN* und Guajacol (GJ) in saurem Medium, die Reaktionen von UO_2^{2+} *und* MoO_4^{2-} mit *BC* oder *TN*, die Reaktionen von $Cr_2O_7^{2-}$ mit *GJ*, von Ce^{3+} mit *BC*, von Ce^{4+} mit *GJ* und *Veratrol* und von Cu^{2+} mit *BC* und *GJ*. Die Reaktionen sind neben vielen anderen im Original[1] beschrieben.

Durch Vergleich aller untersuchten Titanreaktionen kommen A. Okáč und L. Sommer[2] zu dem Ergebnis, daß die Farbreaktionen das Vorhandensein einer polaren Chelatbindung mit Sauerstoffatomen in 5—6gliedrigen Ringen voraussetzen, so daß die funktionelle analytische Gruppe für Ti^{4+} durch die Atomgruppierung



gekennzeichnet ist. A. Kurtenacker

Eine neue mikrokristalloskopische Reaktion zum qualitativen Nachweis von Titan gibt R. G. Beiles[3] an. Titan fällt mit salzsaurem *Diantipyrylorthooxyphenylmethan* (mit D bezeichnet), das aus 2 Mol Antipyrin und 1 Mol Salicylaldehyd darstellbar ist, in Gegenwart der Ionen NO_3^-, ClO_3^-, ClO_4^-, SCN^-, J^- (bezeichnet mit X) in neutralem oder schwachsaurem Medium als schwerlösliche Verbindung $2D \cdot TiOX_2$ aus. Unter dem Mikroskop erscheinen hellgelbe, bündelförmige Nadeln. — Es stören nicht Al^{3+}, Fe^{2+}, Fe^{3+}, Mn^{2+}, Ni^{2+}, Co^{2+}, Cr^{3+}, Sn^{2+}, VO_3^-, Pb^{2+}, Cu^{2+}, Zr^{4+}, jedoch erschwert ein hoher Gehalt an einigen Salzen die Kristallisation. Die untere Nachweisgrenze liegt bei 2—3 μg/0,2—0,3 ml, was der Grenzverdünnung 1:100000 entspricht. Sind nur Cl^-- oder SO_4^{2-}-Ionen zugegen, so färbt sich die Lösung orange und es bildet sich kein Niederschlag. W. Böhm

Zirkonium. V. G. Gorjušina und V. M. Vladimirova[4] berichten sehr ausführlich über den heutigen Stand der analytischen Chemie des Zirkoniums. Im einzelnen werden die Trennungsverfahren des Zirkoniums von anderen Elementen und von den Bestimmungsmethoden besonders die volumetrischen und colorimetrischen Verfahren behandelt (105 Literaturhinweise). W. Böhm

Zum Mikronachweis von Nitrit benutzt M. Fujimoto[5] die Bindung der aus m-Phenylendiamin und Nitrit entstehenden Azoverbindung (Bismarckbraun) an einen Kationenaustauscher, z. B. an Dowex 50 W-X8 in H-Form[6]. Man bringt auf eine weiße Tüpfelplatte einige Körnchen des Austauschers und einen Tropfen Reagenslösung (0,1%ige Lösung in 0,06 n Salzsäure [a] oder in 10%iger Essigsäure [b]), rührt um und läßt einige Minuten stehen. Dann fügt man einen Tropfen Probelösung zu und beobachtet nach einigen Minuten unter Beleuchtung mit einer Tischlampe mit einer Lupe die im Harz entstehende Orange- bzw. Braunfärbung. Erfassungsgrenzen und Grenzkonzentrationen sind bei (a) 0,039 μg NO_2 und $1:1,0 \cdot 10^6$, bei (b) 0,015 μg NO_2 und $1:2,7 \cdot 10^6$. Dichromat und Fluorid stören, Chlorid,

---

[1] Vgl. Fußnote [5] S. 442.

[2] Okáč, A., u. L. Sommer: Chem. Listy **50**, 1746—1748 (1956) [Tschechisch].

[3] Zavodskaja Laborat. **22**, 1296 (1956) [Russisch]. Pädag. Inst., Ober-Altai.

[4] Zavodskaja Laborat. **22**, 1171—1180 (1956) [Russisch].

[5] Bull. chem. Soc. Japan **29**, 600—604 (1956). Univ. Tokyo (Japan).

[6] Vgl. Fujimoto, M.: Bull. chem. Soc. Japan **29**, 595 (1956); vgl. auch diese Z. **156**, 446 (1957).

Bromid, Jodid, Thiocyanat, Nitrat und Phosphat setzen die Grenzkonzentration um etwa eine, Sulfid und Sulfat um etwa zwei Zehnerpotenzen herab. — Nitrat läßt sich nach Reduktion mit Zinkstaub ebenfalls nachweisen, und zwar nach (a) 0,4 μg und nach (b) 0,08 μg. R. Klement

Nitrat. *Eine schnelle colorimetrische Methode zur Nitratbestimmung*, die auf der Bildung von Eisen(II)-nitrososulfat beruht, haben M. H. Swann und M. L. Adams[1] entwickelt. — *Ausführung.* Eine gewogene Probe wird auf ein bestimmtes Volumen gebracht, so daß die Abnahmen etwa 0,5—2,5 mg Nitrat enthalten. Die Abnahmen werden in 25 ml-Erlenmeyerkolben, die mit Glasstopfen verschließbar sind, gegeben, mit wenigen Tropfen 0,1 n Natronlauge versetzt und bei 105 °C zur Trockne gedampft. Proben, die in Wasser unlöslich sind (z. B. Nitrocellulose), werden in Aceton gelöst und bei 60 °C schnell im Luftstrom eingedampft. Auf die abgekühlte trockne Probe gibt man aus einer Bürette 20,0 ml Eisen(II)-sulfatlösung (0,5 g $FeSO_4 \cdot 7\ H_2O$ + 25 ml H_2O + 75 ml konz. Schwefelsäure), verschließt die Kolben und läßt 30 min (90 min bei organischem Material) unter häufigem Umschütteln stehen. Die Messung erfolgt bei 525 mμ gegen einen Blindansatz. Die Einmeßkurve wird mit Nitrat-Testlösung unter den gleichen Bedingungen aufgestellt. Die Färbung ist mehrere Stunden konstant. Nitrite und Thiosulfate stören. Chromate, Dichromate, Sulfate, Phosphate, Chlorate, Sulfite, Acetate und Halogene haben keinen Einfluß. Vergleichsanalysen mit der Nitron-Methode bei Nitratgehalten von 15—16% zeigten befriedigende Übereinstimmung. H. Pohl

Die Methode der Nitratbestimmung mit Phenarsazinsäure, die von R. Pietsch[2] angegeben wird, beruht auf der Entstehung eines stark gefärbten chinoiden Na-Salzes, das nitrierte Phenarsazinsäure in alkalischer Lösung bildet[3]. Durch Messung der Lichtabsorption solcher Lösungen in einem Lange-Colorimeter können Nitratmengen zwischen 10 und 150 μg quantitativ bestimmt werden. Dem Beerschen Gesetz gehorcht die Färbung nur für Nitratmengen zwischen 10 und 70 μg. Deshalb wird die Aufstellung einer Eichkurve für die Auswertung empfohlen. Im Gegensatz zum qualitativen Nachweis[3] stören die Halogene von bestimmten Konzentrationen an, die von der Nitratkonzentration abhängig sind. Die Halogene werden deshalb am besten durch Fällung mit gesättigter Ag_2SO_4-Lösung beseitigt und der Ag-Überschuß mit $NaHCO_3$ oder durch Ionenaustauscher entfernt. Ag, gefärbte, Ionen und solche, die in alkalischer Lösung eine Fällung geben, müssen vor der Bestimmung abgetrennt werden, was am einfachsten durch Ionenaustauscher (Lewatit S 100) geschieht. SO_4^{2-}, CO_3^{2-}, PO_4^{3-}, CH_3COO^-, BO_2^-, $C_2O_4^{2-}$, $C_4H_4O_6^{2-}$, WO_4^{2-}, MoO_4^{2-}, AsO_4^{3-}, AsO_3^{3-} und SiO_3^{2-} stören in mehr als 2000facher Menge noch nicht. Störend wirken NO_2^-, Halogenat-Ionen, VO_4^{3-}, SO_3^{2-}, in geringem Maße F^-. — *Arbeitsweise.* Man dampft die notfalls durch Zugabe von etwas $NaHCO_3$ neutralisierte Nitratlösung im Trockenschrank in einem 50 ml-Becherglas ein und nimmt mit 1 ml 0,3%iger, völlig farbloser Phenarsazinsäurelösung auf (300 mg aus verdünnter Essigsäure umkristallisierte Phenarsazinsäure oder das Acetat werden in 100 ml Wasser gelöst, das 0,2 ml 30%ige Natronlauge enthält). Dann setzt man vorsichtig 1 ml konz. Schwefelsäure zu, schüttelt um, vermischt nach 10 min Stehen im siedenden Wasserbad mit 20 ml 30%iger Natronlauge und füllt nach 10 min auf 100 ml auf. Die Messung der Absorption geschieht gegen eine in gleicher Weise behandelte Blindprobe in einem Lange-Colorimeter unter Verwendung eines hellgrünen Filters. Hildegard Pluskal

---

[1] Analyt. Chemistry **28**, 1630 (1956). Paint & Chemical-Lab. Aberdeen Proving Grounds, Md. (USA).

[2] Mikrochim. Acta (Wien) **1956**, 1672—1678. Univ. Graz.

[3] Pietsch, R.: Mikrochim. Acta (Wien) **1956**, 1490; vgl. diese Z. **154**, 363 (1957).

Zum Nachweis von Vanadium, Molybdän und Titan nebeneinander in einem einzigen Tropfen der Probelösung empfiehlt P. Černý[1] das bereits beschriebene *capillarchromatographische Verfahren*[2]. Als *Reagens* dient eine Lösung von 1 g Brenzcatechin in wenig Wasser, die man mit 3 ml 20%iger Natriumsulfitlösung und 1 ml konz. Essigsäure versetzt und mit Wasser auf 10 ml ergänzt. — *Nachweis von Vanadium und Molybdän.* Man läßt die saure Probelösung in eine Glascapillare (0,3 mm innerer ⌀, 25 cm Länge) aufsteigen, deren Öffnung unten so verengt ist, daß sie beim Aufsetzen auf Filtrierpapier erst in 1 min ausfließt. Ein Streifen Filtrierpapier (Whatman Nr. 2 oder Schl. & Sch. Nr. 589[1], 589[2] oder 589[3]) wird mit einem Tropfen 2 n-NH_4OH-Lösung befeuchtet. Die Mitte des Tüpfels wird mit einem Kreuz bezeichnet. Auf diese Stelle setzt man die Capillare mit der Lösung senkrecht auf, läßt ausfließen, bringt auf dieselbe Stelle eine weitere Capillare mit destilliertem Wasser und wiederholt dieses Waschen einige Male. Nach dem Trocknen des Chromatogramms bei 60°C besprüht man mit dem Reagens und erkennt VO_3^- an einem intensiv blauen Ring, MoO_4^{2-} in 3—5 mm Entfernung an einem gelborange Ring. Auf diese Art sind 0,1 μg V neben der 1000fachen Mo-Menge, 5 μg Mo neben der 100fachen V-Menge nachzuweisen. Neben 1 mg Eisen, das als Hydroxyd am Startpunkt bleibt, lassen sich noch 1 μg Mo und 10 μg V nachweisen. Die Eisenkonzentration in der Lösung darf nicht größer sein als 0,1 g Fe^{3+}/ml. Mn, Zn, Cd, Al, Zr setzen die Empfindlichkeit der Nachweise herab. — Zum *Nachweis von Mo, V und Ti* neben viel Eisen *(im Stahl)* versetzt man einige Tropfen der Probelösung mit einem Tropfen gesättigter Ammoniumrhodanidlösung (Fe^{2+} wird vorher mit 1 Tropfen H_2O_2-Lösung oxydiert) und schüttelt mit jeweils dem gleichen Volumen n-Amylalkohol so oft aus, bis die alkoholische Schicht ungefärbt bleibt. Die wäßrige Schicht wird in die Capillare aufgesaugt und auf ein mit Wasser befeuchtetes Filtrierpapier aufgebracht. Das Chromatogramm wird einige Male mit konz. NH_3-Lösung gewaschen und dann wie oben entwickelt. Titan bildet am Startpunkt eine gelbe Zone, V und Mo erscheinen wie oben beschrieben. 0,1 μg Ti, 0,05 μg Mo und 0,25 μg V sind auf diese Art neben etwa 100 μg Fe in 0,01 ml Lösung nachweisbar. Co, Cu, Ni können mit KCN maskiert werden, Pt, Au, Pd, Ce^{IV} werden vorher durch Kochen mit Ammoniumformiat in saurer Lösung entfernt. W^{VI} wird durch Abrauchen mit Salzsäure abgeschieden und stört dann auch in 300fachem Überschuß den Mo-Nachweis nicht, Bi stört. Mn in hoher Konzentration beeinträchtigt den Ti-Nachweis. A. Kurtenacker

Niob, Tantal. Ja. P. Gochštejn[3] bestimmt Niob in Gegenwart größerer Titanmengen durch oscillographische Polarographie. Die Elektrolyse der Lösungen wird in Abwesenheit von Luftsauerstoff bei 25° C mit einem photoregistrierenden Polarographen ausgeführt. Die geringste noch mit genügender Genauigkeit bestimmbare Niobkonzentration ist gleich 0,269 Millimol/l. Ti gibt in 1 n Schwefelsäure eine gut ausgeprägte Stufe bei $E_{1/2}$ = —0,91 V; Nb wird nicht reduziert. In 23 n Schwefelsäure beginnt die Reduktion zu Ti^{3+} bei einem Potential von + 0,04 V, während Nb eine Stufe bei $E_{1/2}$ = —0,63 V gibt (die durch die Entladung von Wasserstoffionen verzerrt ist); die sich in 23 n Schwefelsäure stark unterscheidenden Reduktionspotentiale ermöglichen die Bestimmung von Ti und Nb nebeneinander. Nb gibt mit einem oscillographischen Polarographen eine gut ausgeprägte Stufe, die leicht zu messen ist. Zwischen der Größe des Nb-Maximalstroms und der Konzen-

[1] Chem. Listy **50**, 2026—2028 (1956) [Tschechisch]. Naturwiss. Fakultät Brünn.

[2] Okáč, A., und P. Černý: Chem. Listy **46**, 14 (1952); vgl. diese Z. **137**, 448 (1952/53).

[3] Zavodskaja Laborat. **22**, 38—44 (1956). Inst. f. Geochemie und analyt. Chemie „Vernadskij", Akad. Wiss. UdSSR.

tration besteht eine lineare Abhängigkeit. Bei der Untersuchung des Einflusses von Ti auf den Wert für den Maximalstrom des Nb zeigte es sich, daß ein geringer Ti-Zusatz die Stufe des Nb um 25—30% erhöht, während ein weiterer Zusatz (mehr als die zehnfache Menge) die Größe des Maximalstroms verringert. Diese Verringerung hängt sowohl von dem Verhältnis $C_{Ti} : C_{Nb}$, als auch von C_{Nb} ab. Die aufgestellte Gleichung gestattet es, aus dem Wert I_{max} des Nb den Nb-Gehalt in der zu untersuchenden Lösung bei Anwesenheit einer großen Menge Ti zu bestimmen.

I. P. Alimarin und E. I. Stepanjuk[1] berichten über die *Trennung des Niobs und Tantals von Titan mit seleniger Säure.* Die Untersuchung seleniger und telluriger Säure und von Selensäure und Tellursäure als Fällungsmittel für Niob und Tantal und des Einflusses der Weinsäurekonzentration, des Verhältnisses von Ti zu Ta und Nb und der Temperatur auf die Vollständigkeit der Niob- und Tantalfällung und deren Abtrennung vom Titan führen zu der Feststellung, daß selenige Säure sich am besten eignet. Niob und Tantal fallen quantitativ, wenn in 1%igen Weinsäurelösungen, die Salzsäure enthalten, gearbeitet wird. Um die Elemente vollständig vom Titan zu trennen, muß zweimal umgefällt werden. Die Löslichkeit des Titanselenits hängt stark von der Temperatur ab, und alle Trennoperationen sind am Siedepunkt auszuführen. Günstig auf die Abtrennung des Niobs und Tantals vom Titan erweist sich eine Erniedrigung der Konzentration der Komponenten; die Menge der Oxyde soll deshalb 0,1 g je 100 ml Lösung nicht überschreiten.

W. Böhm

Für die Bestimmung kleiner Mengen von elementarem Schwefel beschreiben A. Jakubovič und Ž. Procházka[2] ein einfaches papierchromatographisches Verfahren, das noch 0,5 μg elementaren Schwefel qualitativ zu erfassen gestattet. Selen und Tellur stören die Schwefelbestimmung nicht. Beide Elemente bleiben praktisch am Start. — *Ausführung.* Whatman-Papier Nr. 1 wird imprägniert, indem man es durch ein Gemisch von 3 Vol. Petroleum (Siedefraktion 190—200°C) und 7 Vol. Petroläther zieht. Man bringt die zu untersuchende Lösung, die den Schwefel in Tetrachlorkohlenstoff gelöst enthält, auf das Papier und chromatographiert mit 90%igem Äthanol als Fließmittel in einer mit Petroleum gesättigten Atmosphäre. Nach 12—16 Std wird das Chromatogramm bei Raumtemperatur im Luftstrom 1—2 Std getrocknet, dann im Dunkeln mit ammoniakalischer Silberlösung (1 Vol. 0,1 n $AgNO_3$-Lösung + 1 Vol. 5 n NH_4OH-Lösung) besprüht und 5—10 min auf 80—90°C erhitzt. Es entstehen braunschwarze Tüpfel. Das Chromatogramm wird anschließend sofort durch 10%ige Natriumthiosulfatlösung gezogen und getrocknet. Der stark temperaturabhängige R_f-Wert des elementaren Schwefels beträgt 0,1—0,20. Das Negativ des photographierten Chromatogramms wird photometrisch ausgewertet[3], die Tüpfelflecken werden planimetriert. Zum Vergleich dienen Standard-Lösungen von gepulvertem reinem Schwefel in Tetrachlorkohlenstoff. Im Bereich von 1—15 μg Schwefel besteht eine lineare Beziehung zwischen den Planimeterangaben und dem Schwefelgehalt.

A. Kurtenacker

Zum Nachweis geringer Mengen Sulfid mit Hilfe von Ionenaustauschern[4] benutzt M. Fujimoto[5] die Bildung von Methylenblau bzw. von Lauthschem

[1] Zavodskaja Laborat. **22**, 1149—1153 (1956) [Russisch]. Lomonosov-Inst. f. chem. Technol. d. Feuerungen.

[2] Chem. Listy **50**, 2029—2031 (1956) [Tschechisch]. Akad. Wiss. Prag (ČSR).

[3] Keil, B.: Chem. Listy **48**, 725 (1954); vgl. diese Z. **146**, 310 (1955).

[4] Frühere Arbeiten siehe M. Fujimoto; Bull. chem. Soc. Japan **27**, 48, 347 (1954); vgl. diese Z. **145**, 299 (1955); **149**, 210 (1956); vgl. auch diese Z. **156**, 443 (1957).

[5] Bull. chem. Soc. Japan **29**, 567—571 (1956). Univ. Tokyo (Japan).

Violett aus p-Aminodimethylanilin (I) bzw. aus p-Phenylendiamin und Sulfid in Anwesenheit von Eisen(III)-chlorid. Die Farbstoffe werden an den Kationenaustauscher Dowex 50W-X8-H gebunden. Auf einer Tüpfelplatte versetzt man eine Nadelspitze festes I mit 0,04 ml Eisen(III)-chloridlösung (0,1 m $FeCl_3$ in 12 n Salzsäure). Nach 5 min fügt man einige Harzkörner hinzu und rührt um. Einige Minuten später wird der Probetropfen zugesetzt und nach 20 min die entwickelte Grünfärbung beobachtet. Die Erfassungsgrenze beträgt 0,05 μg Sulfid-Schwefel, die Grenzkonzentration $1 : 0{,}8 \cdot 10^6$. Bei Anwesenheit störender Ionen wird Schwefelwasserstoff in einem kleinen Entwicklungsapparat durch verdünnte Schwefelsäure frei gemacht und in einem Tropfen verdünnter Natronlauge, der an dem Verschlußknopf des Apparates hängt, aufgefangen. Die Grenzkonzentration beträgt dann $1 : 1{,}3 \cdot 10^5$ (Erfassungsgrenze 0,3 μg S^{2-}). R. Klement

Eine volumetrische Methode zur indirekten Bestimmung von Sulfat und auch zur *direkten* von *Barium* mit Hilfe einer Lösung von Tetranatrium-äthylendiamintetraacetat (Tetranatrium-ÄDTA) und α-Naphtholphthalein als Indicator arbeitete A. Casini[1] aus. — *Ausführung.* a) *Sulfatbestimmung in Gegenwart von Ammonium- und Alkalisalzen.* 100 ml der sulfathaltigen Lösung bringt man in einem 300 bis 500 ml Erlenmeyer-Kolben zum Sieden und fügt eine überschüssige Menge (A ml) 0,1 m Bariumchloridlösung heiß hinzu. Man erhitzt noch 1—2 min und versetzt die Lösung, die frei von Puffern und schwachen Säuren sein und einen p_H-Wert zwischen 4 und 6 aufweisen muß, ohne zu filtrieren, mit 3 Tropfen α-Naphtholphthaleinlösung (0,1%ig in 70 vol-%igem Äthanol) und titriert mit 0,1 m ÄDTA-Lösung (37,21 g Dinatriumsalz in 0,2 m carbonatfreier Natronlauge zu 1 l gelöst) bis zum Farbumschlag von Rot nach Blaugrün. Beträgt der Verbrauch B ml, so ergibt sich g $SO_4^{2-} = 0{,}0096066$ (A—B). — b) *In Gegenwart von Erdalkalisalzen* versetzt man 100 ml der zu prüfenden, von Puffern freien Lösung im 250—300 ml-Erlenmeyer-Kolben mit 3 Tropfen der Indicatorlösung und titriert mit 0,1 m ÄDTA-Lösung bis zum Farbumschlag (Verbrauch A ml). Andere 100 ml der gleichen Lösung erhitzt man zum Sieden, fügt heiß B ml 0,1 m Bariumchloridlösung zu und verfährt weiter wie unter a) beschrieben (Verbrauch C ml). Es sind dann: g $SO_4^{2-} = 0{,}0096066$ (B—C+A) in 100 ml Lösung. Die Ergebnisse zeigen Abweichungen von ± 0,2%. — Sind die zu titrierenden Lösungen sauer, so sind 2 Fälle zu unterscheiden: Ist der p_H-Wert kleiner als 4, ohne daß schwache Säuren vorhanden sind, so gibt man nach der Bariumsulfatfällung Natronlauge bis zum Umschlag von Methylorange zu; im Falle der Anwesenheit schwacher Säuren titriert man einen aliquoten Teil der Lösung mit 0,1 n Natronlauge gegen α-Naphtholphthaleinlösung und zieht die hierfür verbrauchten Milliliter von der zur Titration mit ÄDTA-Lösung verbrauchten Menge ab. H. Freytag

Rhenium. V. W. Meloche und R. L. Martin[2] beschreiben eine schnelle, empfindliche und genaue spektrophotometrische Bestimmungsmethode für Rhenium. Als Grundlage dient die Reduktion des Perrhenates mit Chrom(II)-chlorid in stark salzsaurer Lösung zu Hexachlororhenat. Das Verfahren ist einfacher auszuführen als die von R. J. Meyer und Ch. L. Rulfs[3] vorgeschlagene Reduktionsmethode mit Hydrazin. — *Ausführung.* Man versetzt die Probelösung mit 0,07—1,4 mg Perrhenat im 50 ml-Meßkolben mit 25 ml konz. Salzsäure, leitet Stickstoff durch die Lösung und gibt 1,00 ml 0,045 m Chrom(II)-chloridlösung zu. Der Kolben wird verschlossen, 2 min zur Reduktion stehen gelassen, worauf man 2—3 min Luft

[1] Ann. Chimica **46**, 697—702 (1956). Univ. Siena (Italien).
[2] Analyt. Chemistry **28**, 1671—1673 (1956). Univ. Madison, Wis. (USA).
[3] Analyt. Chemistry **27**, 1387 (1955); vgl. diese Z. **151**, 444 (1956).

durch die Lösung leitet. Nach dem Auffüllen bis zur Marke wird gegen einen Blindansatz (alle Reagentien mit Ausnahme des Perrhenates) bei 281,5 mμ in 10 mm-Quarzküvetten photometriert. Die Einmeßkurve wird mit Kaliumperrhenat-Testlösung unter den gleichen Bedingungen aufgestellt und erfüllt für den angegebenen Konzentrationsbereich das Lambert-Beersche Gesetz. Molybdän stört die Bestimmung sehr und kann mit einer Kupferron-Chloroform-Extraktion nach Meyer und Rulfs[1] entfernt werden. Als Standardabweichung der Bestimmung wird 0,34% angegeben. H. Pohl

Jod. *Zur maßanalytischen Bestimmung von Jodid-Ion auch in Gegenwart anderer Halogenide* empfehlen A. Viswanathan und S. Gireesan[2] folgende billige und einfache *Methode:* 25 ml der zu untersuchenden KJ-Lösung werden in einem Erlenmeyer-Kolben mit einem geringen Überschuß an 0,1 n $K_2Cr_2O_7$-Lösung versetzt. Man fügt 5 ml 8 n Schwefelsäure hinzu, verstopft den Kolben, schüttelt kräftig und läßt das Reaktionsgemisch zur vollständigen Oxydation des Jodids etwa 5 min im Dunkeln stehen. Anschließend wird zur Reduktion des überschüssigen Dichromats unter Schütteln ein Gemisch aus 30 ml 8 n Schwefelsäure und 5 ml Glycerin zugegeben. Nach etwa 15 min ist die Reduktion vollständig. Man fügt nun 5 ml Chloroform oder Tetrachlorkohlenstoff hinzu und titriert das ausgeschiedene Jod mit 0,1 n $Na_2S_2O_3$-Lösung bis zur Entfärbung der organischen Schicht. Kurz vor Erreichen des Endpunktes wird die Maßlösung nur noch tropfenweise zugegeben und nach jeder Reagenszugabe wird kräftig geschüttelt. Die Genauigkeit des beschriebenen Verfahrens wird mit einigen Zehntel Prozenten angegeben.

K. Machner

Zur Bestimmung von Mikromengen freien Jods in wäßriger Lösung hat J. K. Johannesson[3] eine *spektrophotometrische Methode* mit *o-Tolidin* als Reagens ausgearbeitet. Man kann nach dieser Methode noch 0,1 mg freies Jod im Liter Wasser mit einer Genauigkeit von ± 5% bestimmen. Das o-Tolidin reagiert mit den nach folgender Gleichung: $J_2 + H_2O = H_2OJ^+ + J^-$ entstehenden Kationen unter Bildung einer gelbgefärbten Verbindung, deren Absorptionsmaximum bei 425 mμ liegt. Die störenden Jodionen werden durch Zusatz von Sublimat (Bildung von HgJ_4^{2-}) entfernt. — *Ausführung.* 25 ml der bis 3,0 ppm Jod und nicht mehr als 50 ppm Jodion enthaltenden Untersuchungslösung werden mit 1 Tropfen gesättigter Quecksilber-(II)-chloridlösung und 0,5 ml o-Tolidin-Reagenslösung[4] versetzt. Man mißt die Extinktion gegen eine Vergleichslösung bekannten Jodgehaltes bei 425 mμ. Oxydierende Stoffe wie Chlor und Brom müssen durch Zusatz von 1 ml Salzsäure (1:4) und 1 ml 1%iger wäßriger Phenollösung unschädlich gemacht werden. Die Störung durch Chloramin wird durch Zusatz von Salzsäure und Phenol wie oben und weiteren Zusatz von 0,5 ml 0,1%iger Kaliumbromidlösung entfernt. Eisen(III)-ionen werden mit 25 mg Natriumfluorid maskiert, Nitrit wird durch Zusatz von 1 ml Salzsäure (1:4) und 25 mg Amidosulfonsäure zerstört.

K. Brodersen

---

[1] Vgl. Fußnote [3] S. 447.

[2] J. Indian chem. Soc. **33**, 621—622 (1956). Loyola College, Madras-31 (Indien).

[3] Analyt. Chemistry **28**, 1475—1476 (1956). City Council Lab., Wellington (Neuseeland).

[4] Amer. Publ. Health Assoc., New York, Standard Meth. for Exam. of Waters and Sewage (1949) Seite 93.

IV. Spezielle analytische Methoden

1. Analyse von Lebensmitteln

Über die Extraktion synthetischer Farbstoffe aus Lebensmitteln und ihre Identifizierung hat S. L. Ruiz[1] eingehende Untersuchungen angestellt. Bei Getränken und anderen gefärbten Flüssigkeiten wird der Farbstoff durch zweimaliges Auffärben auf Wolle aus essigsaurer Lösung und zweimaliges Abziehen mit Ammoniak gereinigt. Die basischen Farbstoffe (z. B. Pariser Violett, Malachitgrün, Auramin 0) ziehen aus neutraler Lösung auf und lassen sich in essigsaurer Lösung abziehen. Zu ihrer Extraktion wird allerdings nicht das Aufziehen auf Wolle empfohlen, sondern das Ausäthern der Farbstoffe aus der mit einigen Tropfen Lauge alkalisch gemachten Lösung. Nach Abdampfen des Äthers werden sie mit verdünnter Essigsäure aufgenommen und stehen damit zur weiteren Identifizierung bereit. Carboxylierte Xanthinfarbstoffe (Eosin, Erythrosin, Rose bengale) werden auf folgende Weise extrahiert und erkannt: Ausäthern der essigsauren Lösung, mehrmaliges Ausschütteln der Ätherschicht mit dest. Wasser zur Entfernung der Essigsäure, dann Ausschütteln mit Leitungswasser und Verwerfen der ersten wäßrigen Auszüge, bis Salzbildung (mit den Ca-Ionen des Leitungswassers) und damit Wasserlöslichkeit eingetreten ist. Bei zuckerreichen Lebensmitteln genügt Aufziehen auf Wolle aus dem angesäuerten wäßrigen Auszug. Bei Stoffen, die hochpolymere Kohlenhydrate enthalten, werden diese vorher durch Versetzen mit Alkohol gefällt. Eiweißreiche Erzeugnisse (Fleisch und Wurstwaren) werden einer peptischen Verdauung unterzogen, Milcherzeugnisse einer Behandlung mit Papain, um die meist an das Eiweiß gebundenen Farbstoffe abzulösen. Aus Fetten werden die Farbstoffe durch Behandeln der Petrolätherlösungen mit Aluminiumsilicat oder Al_2O_3 und anschließendes Eluieren mit Alkohol gewonnen. Ein säulenchromatographisches Verfahren zur Trennung sowie ein Verfahren zu ihrer Identifizierung wird beschrieben. Beim papierchromatographischen Verfahren wird empfohlen, zur Identifizierung R_f-Wert und Vergleichsfarbstoffe heranzuziehen, wobei nach Möglichkeit zweimal mit verschiedenen Fließmitteln auf verschiedenen Papieren chromatographiert werden soll. Dafür werden folgende Fließmittel angegeben: Butanol-Alkohol-Wasser (2:1:1) oder eine Mischung von 100 ml dieses Fließmittels mit 10 ml Ammoniak von 22° Bé. oder 2%ige Natrium- bzw. 3%ige Ammoniumcitratlösung. Die R_f-Werte der in Frage kommenden Farbstoffe sind für alle diese Fließmittel angegeben. Bei der Papierchromatographie fettlöslicher Farbstoffe wird mit Fließmitteln gearbeitet, die auf folgende Weise gewonnen werden: 2 (bzw. 5) Volumina einer 10%igen Lösung von Dioxan in Benzol werden mit 3 (bzw. 3) Volumina dest. Wasser geschüttelt. Die wäßrige Phase dieses Systems dient dann als Fließmittel. L. Acker

Über die verschiedenen Farbstoffe der Rotweine und die Möglichkeit Hybriden-Weine von Weinen der Rebsorte Vitis vinifera zu unterscheiden, berichtet P. Ribereau-Gayon[2]. Es steht fest, daß es mit Hilfe der Papierchromatophie möglich ist, Mono- und Diglucoside der Rotweine zu trennen[3], weiter haben die Untersuchungen von 30 Traubensäften aus V. vinifera-Sorten und 80 verschiedenen Hybriden gezeigt[4], daß die Vitis vinifera-Trauben keine Diglucoside enthalten, wenn man von

[1] Ann. Falsificat. Fraudes **49**, 315—332 (1956). Lab. Municipal, Paris (Frankreich).

[2] Ann. Falsificat. Fraudes **49**, 381—387 (1956). Faculté des Sciences, Bordeaux.

[3] Ribereau-Gayon, P.: Ann. Falsificat. Fraudes **47**, 436 (1954); P. Dupuy und J. Puisais: C. R. Acad. Sci. **1955**, 240; M. Marichal: Ann. Falsificat. Fraudes **49**, 568 (1956).

[4] Ribereau-Gayon, P., P. Sudraud et P. M. Durquety: Rev. gén. Bot. **62**, 667 (1955).

Spuren von Malvin absieht. Andererseits sind aber nicht alle Hybriden durch das Vorkommen von Diglucosiden charakterisiert. So unterscheidet sich z. B. die Seibel-Züchtung 5455 in keiner Weise von den Vinifera-Sorten. Es besteht Anlaß zur Annahme, daß auf Grund ihrer Farbstoffe etwa 20% der Hybriden nicht von den Vinifera-Sorten unterschieden werden können. Weine, die viel älter als 2 Jahre sind, können auf keinen Fall beurteilt werden, weil man die Veränderungen der Rotweinfarbstoffe während der Lagerung noch nicht kennt. J. Koch

Bestimmung von Chrom, Kobalt und Mangan in Whisky. M. J. Pro und R. A. Nelson[1] setzen ihre Versuche[2] über die Möglichkeit des spurenweisen Zusatzes gewisser Salze zur Kennzeichnung von Whisky fort und berichten jetzt über die Bestimmung der obengenannten Metalle. Es werden bekannte spektrophotometrische Verfahren benutzt, deren Durchführung den besonderen, in den Whiskyproben vorliegenden Verhältnissen angepaßt wird. — *Arbeitsvorschriften. Chrom.* 10 ml Whisky werden in einem 150 ml-Becherglas zur Trockne gebracht (Dampfbad), zur Zerstörung der organischen Substanz mit 1 ml 6n Schwefelsäure und 0,5 ml konz. Salpetersäure und gegebenenfalls unter weiterer tropfenweiser Zugabe von konz. Salpetersäure bis zum Rauchen erhitzt. Nach dem Abkühlen wird 3mal mit je 5 ml dest. Wasser verdünnt und jeweils wieder bis zum Auftreten der SO_3-Dämpfe erhitzt. Zu der erkalteten Lösung gibt man 15 ml Wasser und 1 Tropfen 0,5%ige Phenolphthaleinlösung und neutralisiert mit 6n Natronlauge. Nach Zusatz von 1 ml 6n Schwefelsäure, 1 ml 0,5%iger $AgNO_3$-Lösung und 0,25 g krist. Ammoniumpersulfat wird die Lösung auf die Hälfte (etwa 8 ml) eingeengt, mit etwa 15 ml Wasser in ein 25 ml-Meßkölbchen übergeführt, mit 1 ml 0,25%iger acetonischer Diphenylcarbazidlösung versetzt und mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt. Nach 2—5 min erfolgt die Messung bei 546 mμ. Gleichzeitig werden ein Blindversuch und eine Standardmessung (2,8284 g $K_2Cr_2O_7$ werden in 1 l Wasser gelöst, entsprechend 1000 μg Cr/ml) vorgenommen.— *Kobalt.* 20 ml Whisky werden in einem 100 ml-Becherglas zur Trockne gebracht (Dampfbad) und zur Zerstörung der organischen Substanz mit 0,2 ml konz. Schwefelsäure und 0,5 ml konz. Salpetersäure bis zum Auftreten der Schwefelsäuredämpfe erhitzt — gegebenenfalls unter weiterer tropfenweiser Zugabe von konz. HNO_3. Anschließend erhitzt man 30 min bei 500° C im Muffelofen. Nach dem Abkühlen und nochmaligem Abrauchen mit 1 ml konz. Salpetersäure bringt man in das Becherglas 5 ml Wasser, 1 ml einer HCl-HNO_3-Mischung (250 ml konz. Salzsäure + 50 ml konz. Salpetersäure im Liter), 2 ml 0,1%ige Nitroso-R-salzlösung (kühl aufbewahren), 4 ml 50%ige Natriumacetatlösung sowie einige Siedesteine und kocht 45 sec. Dann gibt man 1,5 ml konz. Salzsäure zu und kocht erneut 45 sec, kühlt, führt das Reaktionsgemisch in ein 25 ml-Meßkölbchen über und füllt bis zur Marke auf. Die Absorption der Lösung wird bei 510 mμ gemessen. Zu gleicher Zeit wird ein Blindversuch und eine Standardmessung (Standardlösung: 4,0372 g $CoCl_2 \cdot 6\,H_2O$ in 1 l H_2O gelöst = 1000 μg Co/ml) durchgeführt. — *Mangan.* 25 ml Whisky werden in einer Platinschale zur Trockne gebracht (Dampfbad) und anschließend wird die organische Substanz mit 5 ml 2 n Schwefelsäure und 0,5 ml 85%iger Phosphorsäure durch Erhitzung bis zum Auftreten der Schwefelsäuredämpfe zerstört. Nach dem Abkühlen gibt man 7 ml Wasser und 4 ml 10%ige Perjodsäurelösung zu, erhitzt 5 min im Dampfbad und hält weitere 5 min warm. Nach dem Abkühlen bringt man das Reaktionsgemisch in ein 10 ml-Meßkölbchen, spült die Platinschale mehrfach mit 0,5 ml Wasser nach

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **39**, 848—856 (1956). Alcohol and Tobacco Tax Div. Lab., Washington DC (USA).

[2] Pro, M. J., R. A. Nelson and A. P. Mathers: J. Assoc. off. agric. Chemists **39**, 506 (1956); vgl. diese Z. **155**, 206 (1957).

und füllt bis zur Marke auf. Die Absorption der Lösung wird bei 526 mμ gemessen und gleichzeitig ein Blindversuch und eine Standardmessung (Standardlösung: 1,0000 g reines metall. Mangan werden mit wenig Salzsäure gelöst und auf 1 l mit Wasser aufgefüllt = 1000 ppm Mn) vorgenommen. J. Koch

Zur colorimetrischen Bestimmung der Fuselöle in alkoholischen Destillaten empfehlen A. P. Mathers und R. L. Schoeneman[1] unter Anlehung an A. Komarowsky[2] eine Farbreaktion mit dem *Natriumsalz der 4-Hydroxybenzaldehyd-3-sulfonsäure*. Das Reagens hat den Vorzug der Wasserlöslichkeit. Der Farbkomplex ist beim Erhitzen und Aufbewahren sehr beständig. Äthanol reagiert nicht. — *Arbeitsweise.* Zu 50 ml des zu untersuchenden Destillates gibt man 20 ml 0,5n Natronlauge und erhitzt 15 min am Rückflußkühler, ehe man 50 ml vorsichtig abdestilliert. 0,1 ml des Destillates pipettiert man in einen 10 ml-Meßkolben und gibt aus einer Mikrobürette 0,1 ml einer 4%igen Lösung von 4-Hydroxybenzaldehyd-3-sulfosaurem Natrium zu und 2 ml konz. Schwefelsäure. Das Reaktionsgemisch erhitzt man im siedenden Wasserbad 30 min lang, kühlt ab, füllt mit konz. Schwefelsäure zur Marke auf und mißt die Farbintensität bei 445 mμ gegen Wasser. (Sofern das Mengenverhältnis von Isobutylalkohol und Amylalkohol ungefähr bestimmt werden soll, photometriert man auch bei 560 mμ.) Gleichzeitig mißt man die Adsorption von 0,1 ml fuselölfreiem 50%igem Äthylalkohol bei 445 mμ sowie von Fuselöl-Standardlösungen. (1 ml Isobutylalkohol + 4 ml Isoamylalkohol in 1 l 50%igem Äthylalkohol gelöst; Verdünnungen von 5, 10, 15, 25 und 50 ml auf 100 ml 50%igem Äthylalkohol, um eine Eichkurve zu ermitteln). J. Koch

Der Nachweis und die Bestimmung von Oxymethylfurfurol in Honigen und Kunsthonigen wird von C. Franzke und H. Iwainsky[3] spektrophotometrisch durchgeführt. Dazu werden die wäßrigen (bidest. Wasser) Lösungen dieser Erzeugnisse herangezogen. Zeigt die zwischen 230 und 320 mμ aufgenommene Absorptionskurve bei 282,5 mμ ein scharfes Maximum, so ist die Anwesenheit von Oxymethylfurfurol als erwiesen anzusehen. Für die quantitative Auswertung ist $E_{1\,cm}^{1\,\%} = 1300$ zugrunde zu legen und eine aus der Absorptionskurve abzuleitende uncharakteristische Allgemeinabsorption ($E_{1\,cm}^{1\,\%}$ zwischen 0,142 und 0,288 bei Honigen liegend) an dieser Stelle zu berücksichtigen. Länger gelagerte sowie erhitzte Honige enthalten mitunter ebenfalls Oxymethylfurfurol. Eine quantitative Bestimmung des Anteils an Kunsthonig in verfälschten Honigen aus dem ermittelten Gehalt an Oxymethylfurfurol ist wegen der starken Streuung der Oxymethylfurfurolwerte bei Kunsthonigen verschiedener Provenienzen mit erheblicher Unsicherheit behaftet, wenn nicht das zur Fälschung verwendete Erzeugnis zur Verfügung steht. — Parallel zu den spektrophotometrischen Untersuchungen haben die Verff. die Farbreaktion nach Fiehe überprüft und festgestellt, daß sie besonders bei Anwendung von Äthylacetat als Elutionsmittel empfindlicher ist als die Spektralphotometrie. Papierchromatographisch lassen sich mit Resorcin-Salzsäure 2 μg Oxymethylfurfurol nachweisen. Die anderen Nachweise sind der Papierchromatographie in bezug auf die Empfindlichkeit überlegen. L. Acker

Zur analytischen Kennzeichnung der Oxydationsbereitschaft ungesättigter Fette führen K. Täufel und R. Vogel[4] einen definierten oxydativen Abbau in Form eines „Säure-Indicator-Testes" nach R. Hubata[5] sowie einen „Peroxyd-Indicator-

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **39**, 834—844 (1956). Alcohol and Tobacco Tax Division Laboratory, Washington 25, D. C. (USA).

[2] Chemiker-Ztg. **27**, 807, 1086 (1903); vgl. diese Z. **50**, 521 (1911).

[3] Fette u. Seifen **58**, 859—862 (1956). Humboldt-Univ. Berlin.

[4] Ernährungsforschung **1**, 142—178 (1956).

[5] Oil and Soap **18**, 37 (1941).

Test" ähnlich dem „Swift-Test" durch. Parallel dazu werden Peroxydzahlen bestimmt. Es zeigt sich, daß die dabei entstehenden flüchtigen, oxydierenden und sauren Spaltprodukte den Zustand eines Fettes wesentlich besser charakterisieren als die Bestimmung der Peroxydzahl bei einem bestimmten Zustand. Beide Teste eignen sich je nach Art und Verhalten der zu untersuchenden Öle unterschiedlich. Geringe Unterschiede hinsichtlich der Behandlung des Öles während der Raffination, vorangegangene Belichtung, Antioxydantien sowie Schwermetallspuren lassen sich erkennen. Auch eine geringe, durch Peroxydzahlbestimmung analytisch nicht erfaßbare Anoxydation läßt sich feststellen. Nach dem „Säure-Indicator-Test" können Fette mit niedermolekularen Fettsäuren im Glycerinverband, wie Butter-, Kokos-, Palmkern-, Babassufett bzw. daraus hergestellte (Margarine-) Zubereitungen nicht geprüft werden, da beim Durchleiten von Luft in der Wärme eine geringfügige Hydrolyse stattfindet. Der „Peroxyd-Indicator-Test" läßt sich auf stärker ungesättigte Öle (Lein-, Holz-, Fischöle) nicht anwenden, da reduzierende Abbauprodukte (Acrolein u. a. Aldehyde) stören. In solchen Fällen genügt die Kennzeichnung mit Hilfe des zweiten Testes. — *Ausführung.* Beide Teste werden mit je 20 ml Öl durchgeführt. Man saugt einen durch Kalilauge und Schwefelsäure gereinigten Luftstrom (5 l/Std) bei festgelegten apparativen Bedingungen (Apparatur in der Originalarbeit) durch ein die Probe enthaltendes Durchleitegefäß mit Glasfritte, das in ein siedendes Wasserbad eintaucht. Der Luftstrom wird im Anschluß daran durch ein mit wäßriger Indicatorlösung beschicktes Gefäß geleitet. Beim „Säure-Indicator-Test" bestimmt man die Zeit bis zum Farbumschlag einer Merckschen Universal-Indicatorlösung auf Violettrot (p_H 4,5); der „Peroxyd-Indicator-Test" wird durch Zeitmessung bis zum Umschlag einer Kaliumjodid-Stärkelösung ausgeführt. Diese Zeiten sind ein objektives Maß für die Anfälligkeit eines Fettes gegenüber Luftoxydation.

K. Gassner

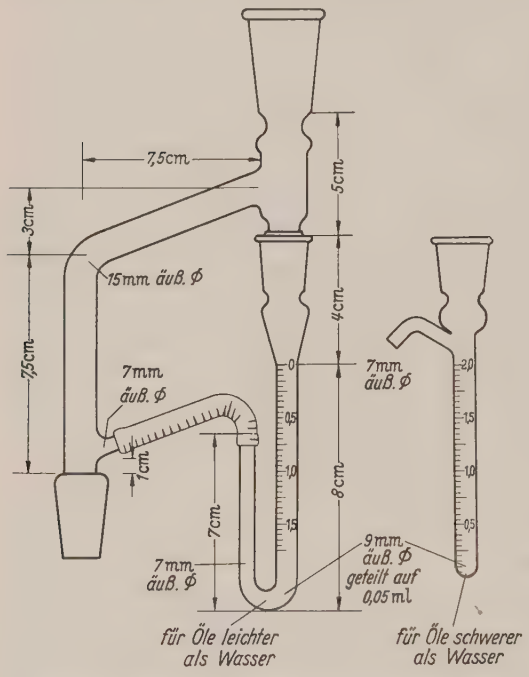


Abb. 1. Apparatur zur Bestimmung von flüchtigen Ölen nach Lee und Ogg

Eine verbesserte Apparatur und Methode zur Bestimmung des Gehaltes an flüchtigen Ölen von Gewürzen wird von L. A. Lee und C. L. Ogg[1] beschrieben. Das Öl wird durch Wasserdampfdestillation in einer Apparatur (Abb. 1) abgetrennt, die aus der von J. F. Clevenger[2] beschriebenen entwickelt worden ist. Dabei

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **39**, 806—816 (1956). Eastern Regional Res. Labor., Philadelphia, Pa. (USA).

[2] J. Amer. pharmac. Assoc. **17**, 345 (1928).

können sowohl Öle abgetrennt werden, die leichter sind als Wasser, als auch solche die schwerer sind. Das überschüssige Wasser gelangt durch Heberwirkung wieder in den Destillationskolben zurück. Durch Zentrifugieren kann eine bessere Trennwirkung erzielt werden. Durch heftiges Rühren kann die Dauer der Destillation auf $^1/_3$—$^1/_4$ reduziert werden. Die angegebene Genauigkeit beträgt 1,54%. — *Arbeitsweise.* Man bereitet eine genau abgewogene Probe, die 0,25—1,5 ml Öl liefert, nach den in Official Methods of Analysis, 8th. Ed., 1955, 28. 17 gegebenen Vorschriften vor und destilliert nach Zusatz von 500 ml Wasser in der in der Abbildung gezeigten Apparatur unter magnetischem Rühren mit einer Geschwindigkeit von 3—4 ml Wasser/min, bis nach ½ Std keine Ölzunahme mehr beobachtet werden kann. Dann zentrifugiert man, falls nötig, und liest das Volumen bis auf ± 0,005 ml genau ab.

Hildegard Pluskal

Ein Schnellverfahren zur maßanalytischen Bestimmung von Coffein in Kaffeeaufgüssen beschreiben G. Prange und H. Walther[1]. Man überbrüht 5 g feingemahlenen Kaffee mit 150 ml siedendem Wasser, läßt 10 min bedeckt stehen, rührt durch, filtriert und ergänzt nach dem Abkühlen das Filtrat durch Nachwaschen des Filters auf 150 ml. 10 ml dieses Aufgusses schüttelt man nach Zusatz von 0,5 ml 15%iger Natronlauge 1 min lang mit 20 ml Chloroform und läßt bis zur Trennung der Schichten stehen. Dann überschichtet man 10 ml des filtrierten Chloroformauszuges (= 0,166 g Kaffee) in einer 20 ml fassenden Schale mit 5 ml Wasser und verdampft vorsichtig über einem Asbestdrahtnetz das Chloroform. Durch einen angefeuchteten Jenaer Glasfiltertiegel G_4 läßt man ohne Saugen 2 ml 16%ige Schwefelsäure (1 + 5), dann 2 ml 0,1 n Jodlösung sowie die erkaltete wäßrige Coffeinlösung laufen, wobei man die Schale mit 1 ml Wasser nachspült. Nach 1 min langem Stehen saugt man von dem gebildeten Perjodid-Niederschlag in ein Becherglas unter Verwendung eines Saugtopfes ab und saugt zum Schluß noch 2 min lang Luft durch den Filterrückstand. Nach der Reinigung des Filtertiegels von anhaftender Flüssigkeit bringt man in diesen 25 ml Methanol, saugt dieses langsam in einen untergestellten 100 ml-Erlenmeyer-Kolben und saugt anschließend noch 25 ml Wasser nach. Das freigesetzte Jod in der Methanol-Wasserlösung titriert man mit Stärkelösung als Indicator mit 0,01 n Thiosulfatlösung aus einer Mikrobürette. Berechnung: Verbrauch an Thiosulfatlösung × 0,4853 × 30 = mg Coffein in 1 Tasse entsprechend 150 ml Aufguß. Die Bestimmung ist in 30 min durchführbar. H. Söllner

Bestimmung von Fremdfett in Kakaoerzeugnissen. A. Purr[2] hat die von ihm früher[3] angegebene Methode etwas vereinfacht und dazu eine geeignete Apparatur (Abb. im Orig.) beschrieben. Bei diesem Verfahren handelt es sich um die Gewinnung bestimmter Glyceridfraktionen auf dem Wege der Tieftemperaturkristallisation und deren nähere Untersuchung. Die Fraktionierung erfolgt aus einer Lösung von 32 g des zu untersuchenden Fettes in 400 ml Aceton in einem 2 Liter-Becherglas, das in einer besonders konstruierten Kühltruhe auf einer Temperatur von —14° C mit Hilfe von Aceton-CO_2-Mischungen gehalten wird. Die Durchwirbelung der Lösung zu besserem Temperaturausgleich und besserer Abscheidung des Kristallbreis erfolgt mit Hilfe eines sauerstofffreien Stickstoffstromes, der durch eine Eintauchnutsche in die Lösung eingeleitet wird. Die Kristallisation ist nach 60 min beendet. Die Mutterlauge, welche die interessierende Glyceridfraktion enthält, wird mittels dieser Nutsche in bequemer Weise abgetrennt. Die Ausbeute an der

[1] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **104**, 261—266 (1956). Bez.-Hyg.-Inst. Halle.

[2] Fette u. Seifen **58**, 898—902 (1956). Inst. f. Lebensmitteltechnol. u. Verpackung, München.

[3] Fette u. Seifen **56**, 823 (1954), **57**, 120, 173 (1955); vgl. diese Z. **147**, 290 (1955); **149**, 383 (1956).

Fraktion wird in g/100 ml Lösung angegeben. Eine zweite und dritte Fraktion wird, ausgehend von der Mutterlauge, in der gleichen Apparatur und bei der gleichen Temperatur, nur in kleinen Bechergläsern und mit kleineren Eintauchnutschen, gewonnen. Die weitere Aufarbeitung wird dann, wie in der früheren Arbeit angegeben, vorgenommen. L. Acker

Beim papierchromatographischen Nachweis von Süßstoffen und Konservierungsmitteln nach R. Kliffmüller[1] wird der nach Ansäuern mit Schwefelsäure und Ausschütteln mit Essigsäureäthylester erhaltene Extrakt auf Papier Schl. & Sch. Nr. 2043 b aufgetragen und aufsteigend unter Verwendung eines Fließmittels aus 35 Teilen n-Butanol, 35 T. Isobutanol, 20 T. konz. Ammoniak, 10 T. Wasser und 7,5 T. Alkohol aufgetrennt. *Saccharin* wird vorher durch 30minutiges Erhitzen auf 210 bis 220° C mit Kalilauge (D 1,5) in Salicylat übergeführt und erscheint dann als Salicylsäure bei der Papierchromatographie. Zum Sichtbarmachen dient Eisen(III)-chloridlösung. Zur Unterscheidung von etwa ursprünglich vorhandener Salicylsäure wird auch der unbehandelte Extrakt aufgetragen, wobei dann auch etwa vorhandene andere Konservierungsmittel an Hand ihres R_f-Wertes erkannt werden können und zwar mit Hilfe einer mit 0,1 n Natronlauge bis zum Farbumschlag (grün) versetzten 0,05%igen alkoholischen Bromkresolgrünlösung. *Dulcin* läßt sich nach Besprühen mit 65%iger Salpetersäure-Aceton (1:4) als gelber Fleck erkennen. *Ultrasüß* (n-Propoxy-2-amino-4-nitrobenzol) gibt nach Diazotieren und Kuppeln mit N-Naphthyläthylendiamin einen blauvioletten Fleck. *p-Methoxy-o-benzoylbenzoesaures Natrium* (als *Süßhilfe S. 23/46* bekannt) kann nach Überführen in die Säure mit Hilfe des Indicatorreagenses oder nach Alkalibehandlung (wie bei Saccharin) als p-Oxybenzoesäure nachgewiesen werden. L. Acker

Über die Bestimmung von Konservierungsmitteln in fischindustriellen Erzeugnissen macht R. Hutschenreuter[2] im Rahmen von Untersuchungen über die Beurteilung und den Verbleib dieser Konservierungsmittel einige Mitteilungen. Die für die Isolierung und Bestimmung der Salicylsäure entwickelte Methode ist bereits früher beschrieben[3]. — Zur Isolierung der *Benzoesäure* wird nach einer Methode von K. Fischer und O. Gruenert[4] verfahren. Zur quantitativen Bestimmung wird die Absorption im UV-Licht bei 225 mμ in 0,1 n Natronlauge herangezogen. — Die Ermittlung des *Hexamethylentetramins* erfolgt über den Formaldehyd und zwar nach der Methode von G. Wendland[5] bzw. M. Tannenbaum und C. E. Bricker[6], wonach der durch Phosphorsäure abspaltbare Formaldehyd in Wasser aufgefangen und photometrisch bestimmt wird. L. Acker

Über Azofarbstoffe als Indicatoren für den Nachweis von Konservierungsmitteln und verwandten Stoffen im mikrobiologischen Ansatz berichten J. Eisenbrand, A. Klauck und D. Pfeil[7]. Folgender Ansatz wurde verwendet: 20 ml abgekochte Milch wurden mit 1 ml frischer Buttermilch und 1 ml 0,1%iger Azofarbstofflösung versetzt. Ein Ansatz wird nun mit dem Konservierungsmittel behandelt, ein zweiter dient als Blindversuch. Man stellt beide Proben mehrere Stunden

[1] Dtsch. Lebensmittel-Rdsch. **52**, 182—184 (1956). Staatl. chem. Unters.-Amt Gießen.

[2] Z. Lebensm.-Unters.- u. Forsch. **104**, 161 — 168 (1956). Bundesforsch.anst. f. Fischerei, Hamburg-Altona.

[3] Hutschenreuter, R., Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **97**, 93 (1953); vgl. diese Z. **142**, 238 (1954).

[4] Z. Unters. Lebensm. **17**, 721 (1909); vgl. diese Z. **53**, 456 (1914).

[5] Z. Unters. Lebensm. **87**, 220 (1944); vgl. diese Z. **129**, 190 (1949).

[6] Analyt. Chemistry **23**, 354 (1951); vgl. diese Z. **136**, 222 (1952).

[7] Naturwissenschaften **43**, 519—520 (1956). Chem. Unters.-Amt Saarbrücken.

in einen Brutschrank bei 42° C. Bleibt die mit dem Konservierungsmittel behandelte Probe farbig, während der Blindversuch entfärbt wird, so ist der Nachweis der Wirksamkeit des fraglichen Konservierungsmittels erbracht. Von den geprüften Azofarbstoffen eigneten sich am besten Azorubin (Schultz Nr. 208, Colour Index Nr. 179) und Brillantschwarz (BN, Bayer). Azorubin gibt hellrote, Brillantschwarz hellblaue Färbungen, deren Verschwinden durch die Tätigkeit der Milchsäurebakterien deutlich zu erkennen ist. Man kann meist schon nach 3 Std ablesen. Je nach Bedarf kann man die Farbstoffmenge auch vergrößern, um andere Ablesezeiten zu erhalten, oder auch die Temperatur auf 37° C herabsetzen. Die für zahlreiche Substanzen ermittelten untersten Konzentrationen, die eine Entfärbung verhindern, sind in der Originalarbeit aufgeführt. K. MACHNER

2. Analyse von Materialien der Industrie, des Handels und der Landwirtschaft

Eine ausführliche Übersicht über neuere Analysenmethoden in der Nichteisenmetallurgie gibt G. W. C. MILNER[1] an Hand von 207 Literaturzitaten. Es werden hauptsächlich die Verfahren zur Bestimmung *kleiner Gehalte* der einzelnen Elemente behandelt, darunter sehr ausführlich die colorimetrischen (spektrophotometrischen) Methoden. Berücksichtigt werden ferner die polarographischen und elektrolytischen Methoden, die Chromatographie u. a. Die Emissionsspektralanalyse bleibt außer acht. Im Einzelnen werden Bestimmungsmethoden für die folgenden Elemente beschrieben: Al, Sb, As, Be, Bi, B, Cd, Cr, Co, Cu, Ga, In, Fe, Pb, Mg, Mn, Mo, Ni, Nb, Ta, Si, Ag, Th, Sn, Ti, U, Zn, Zr. A. KURTENACKER

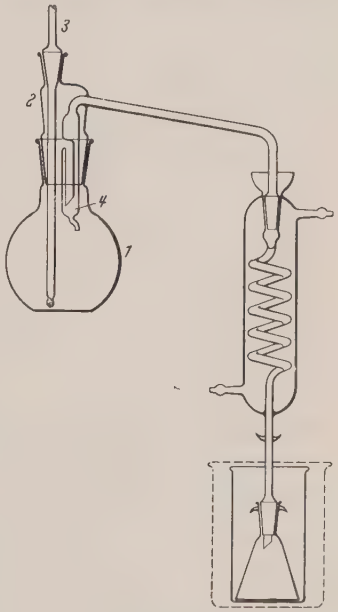


Abb. 1. Destillationsgerät für $AsCl_3$ nach PLOUM und SCHAEFER

Ein Verfahren zur schnellen Bestimmung des Arsens in metallischen, säurelöslichen Stoffen erfolgt nach H. PLOUM und E. SCHAEFER[2] nach Lösen in Salpetersäure und nach Zerstörung des Nitrats mit Hilfe von Ameisensäure durch Destillation des Arsens als $AsCl_3$ und potentiometrische Titration mit $KBrO_3$-Lösung. Das Verfahren ist auf Sb-freies, in Salpetersäure lösliches Probegut anwendbar. — *Arbeitsweise.* Das Destilliergerät ist in Abb. 1 wiedergegeben. Der Schliffkolben 1 von 250 ml Inhalt trägt einen Aufsatz 2 mit eingeschliffenem Thermometer 3, dessen Quecksilberkugel bis nahe an den Boden des Kolbens reicht. Der eingebaute Dephlegmator 4 ermöglicht ein rasches Destillieren. Je nach As-Gehalt

[1] Analyst **81**, 619—650 (1956). Atomic Energy Res. Establishment, Harwell, nr. Didcot, Berks. (England).

[2] Arch. Eisenhüttenwes. **27**, 637—640 (1956). Max-Planck-Inst. f. Eisenforsch. Düsseldorf.

(0,2—0,005%) löst man 1—5 g Substanz in dem Kolben anteilweise, anfangs unter Wasserkühlung, gegen Ende unter Erwärmen, in 20 –60 ml Salpetersäure (1 + 1). Dann fügt man etwa 0,5 g Quarz und zur Maskierung des Eisens 15 ml Schwefelsäure-Phosphorsäuremischung [1 Teil H_2SO_4 (1,84) + 2 Teile H_3PO_4 (1,70)] hinzu. Die Zerstörung des Nitrats erfolgt nun durch Zugabe von 98—100%iger Ameisensäure in Mengen von je 5 Tropfen fast bei Siedetemperatur, bis keine braunen Dämpfe mehr entweichen. Nach dem Abkühlen unter 30° C versetzt man mit 10 ml 80%iger $ZnCl_2$-Lösung, 10 ml konz. Salzsäure, 1 g KBr und für je 1 g Probegut mit 1 g Hydrazinsulfat und destilliert $AsCl_3$ in eine Vorlage mit 10 ml Wasser, die außen mit Wasser gekühlt ist. Die Destillation ist beendet, wenn die Temperatur im Destillationsgefäß 135° C anzeigt. Nun versetzt man das Destillat mit 10 ml Salzsäure und titriert das $AsCl_3$ potentiometrisch mit 0,01—0,02 n $KBrO_3$-Lösung unter Verwendung einer Platin- und einer gesättigten Kalomelelektrode. Eine Blindprobe ist meist nicht erforderlich. Salpetersäurebeständige Stähle löst man anteilweise in 75 ml Königswasser und verkocht die überschüssige Salzsäure anschließend mit Hilfe von 15 ml Mischsäure. Hildegard Pluskal

Über die flammenphotometrische Lithiumbestimmung in einer Magnesium-Lithium-Zink-Legierung mittels ultrarotempfindlicher Selenzellen berichten H. J. Allsopp und P. M. Wingfield[1]. Die Probe wird in 50 ml 20 n Schwefelsäure gelöst und auf 1 l aufgefüllt. Von dieser Lösung wird soviel in einen 50 ml-Meßkolben gegeben, daß ungefähr 5 mg Lithium darin enthalten sind. Hierzu werden 5 ml einer Kaliumsulfatlösung (0,5 mg K/ml) als Referenzelement gegeben und auf 50 ml aufgefüllt. Diese Lösung wird zerstäubt und in einer Leuchtgas-Luft-Flamme angeregt. Die Verff. benutzen einen Méker-Brenner aus nichtrostendem Stahl. Das Licht von der Flamme wird über je einen Kondensor, an dem eine Irisblende vorgesehen ist, durch Flüssigkeitsfilter auf die beiden ultrarotempfindlichen Selenzellen geführt. (Flüssigkeitsfilter: Für Kalium: Je 1 cm Schichtdicke von 2%iger wäßriger Kaliumdichromatlösung und 0,02%iger Lösung von Anilinblau in 95%igem Äthylalkohol; Lithium: Je 1 cm Schichtdicke von 0,2%iger wäßriger Lösung von Rhodamin B und 1%iger Kupfer(II)-chloridlösung in 8 n Salzsäure.) Das Intensitätsverhältnis beider Elemente wird durch Abgleichen mit einem Potentiometer nach einer Nullmethode gemessen. Die Verff. beschreiben die Überwindung kleinerer apparativer Schwierigkeiten und teilen mit, daß Änderungen in der Acidität der Probenlösungen bis zu 4 n, sowie Schwankungen im Magnesium- und Zinkgehalt bis zu 4 g/l keinen wesentlichen Einfluß haben. F. Rosendahl

Die mikroheterometrische Bestimmung von Spuren Zink in Lösungen und Legierungen mit Natrium-Diäthyldithiocarbaminat wird von M. Bobtelsky und R. Rafailoff[2] nach der früher[3] von ihnen beschriebenen heterometrischen Methode durchgeführt. Bei Verwendung eines blauen Filters steigen die maximalen Dichtewerte auf das Doppelte. Zink kann in essigsaurer Lösung oder Natriumacetatlösung bestimmt werden, wobei als Komplexbildner Alkalitartrat bzw. salicylsaures Natrium nicht stören. Bei Anwesenheit fremder Ionen können direkte Titrationen nur bei Gegenwart von Ca^{2+}, Sr^{2+}, Ba^{2+}, Al^{3+}, Mg^{2+}, Cr^{3+} und Mn^{2+} durchgeführt werden. Bei Mn^{2+} ist ein Überschuß an K-Tartrat erforderlich. Fe^{3+} kann durch ammoniakalische Citrat- oder Tartratlösungen nicht maskiert werden. In 20 ml

[1] Metallurgia (Manchester) **54**, 255—259 (1956). Royal Aircraft Establ., Farnborough (England).

[2] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **15**, 457—464 (1956). Univ. Jerusalem (Israel).

[3] Bobtelsky, M., u. Mitarb.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **14**, 558; **15**, 62, 164 (1956); vgl. diese Z. **155**, 351, 383—384, 458 (1957), wo auch weitere Literatur angegeben ist.

wäßriger Lösung können 0,2—0,4 mg Zn bei Gegenwart von 99,8% der genannten Fremdionen in der Probe mit einem Fehler von 0—1% innerhalb von 10 min bestimmt werden. Titrationen bei Gegenwart von Ni, Co, Cd, Pb u. a. waren ohne Erfolg. HILDEGARD PLUSKAL

Zur Bestimmung der Verunreinigungen in Zirkonium geben JU. A. ČERNICHOV und B. M. DOBKINA[1] die folgende *Arbeitsweise* an: Man erwärmt 0,3—0,5 g Metall mit 3—5 ml Wasser, 0,5—1 g Borsäure (kann wegbleiben) und 5—6 ml Flußsäure (1 : 5) auf dem Wasserbad bis zur Beendigung der stürmischen Reaktion, setzt einige Tropfen Salpetersäure hinzu und erwärmt bis zur völligen Lösung. — *Bestimmung der einzelnen Elemente. Ag.* Man gibt zu der Lösung einige Tropfen Salpetersäure, dampft bis fast zur Trockne ein, nimmt in 10 ml 0,5 n Salpetersäure auf und bringt die Lösung nach Zusatz von 0,3 g Borsäure in einen 50 ml Scheidetrichter. Man gibt eine Spatelspitze Thioharnstoff zu und titriert Ag mit einer 0,002%igen Lösung von Dithizon in CCl_4 nach der üblichen Methode. — *Cu und Ni.* Beide Metalle werden colorimetrisch bestimmt; Cu als Pyridin-Rhodanid-Komplex mit $CHCl_3$ als Extraktionsmittel, Ni mit Dimethylglyoxim. Zr wird hierbei bei hohen p_H-Werten mit Weinsäure oder Citronensäure in Lösung gehalten. — *W und Mo.* 0,3 g Probe werden in Flußsäure unter Zusatz von HNO_3 gelöst, der Säureüberschuß wird abgedampft. Zur W-Bestimmung wird in 3 n Salzsäure, zur Mo-Bestimmung in 1,5 n Schwefelsäure aufgenommen. Dann gibt man 0,2 g NH_4F zu (wodurch sich auch in starksaurem Medium kein gefärbtes Ti-Rhodanid bildet). Für die W-Bestimmung setzt man 0,5 g NH_4SCN und $TiCl_3$ als Reduktionsmittel zu, für die Mo-Bestimmung 1 g NH_4SCN und Thioharnstoff als Reduktionsmittel. Die Lösung wird auf 25 ml verdünnt, und für 30 min sich selbst überlassen. Darauf wird mit Butyl- oder Isobutylalkohol extrahiert und die Färbung mit einer Standardlösung verglichen. — *Fe.* Nach Verjagen überschüssiger Lösungssäure wird die colorimetrische Bestimmung mit Rhodanid oder in ammoniakalischem Medium mit Sulfosalicylsäure ausgeführt. Zr stört in der Bindung an Fluor nicht. — *Mn* wird colorimetrisch als Mn^{7+} bestimmt. Zur Oxydation mit Perjodat wird wie oben, jedoch ohne Borsäurezusatz gelöst (an F gebundenes Zr reagiert nur dann nicht mit Perjodat, wenn keine Borsäure vorhanden ist). — *Cl.* Man löst in Flußsäure und Borsäure und bestimmt das Chlor nach dem Ansäuern mit Salpetersäure bei einer Silberkonzentration von 0,02% nephelometrisch. Optimale Chlormengen sind 0,003—0,08 mg/15—20 ml. — *Ti.* Stückiges Metall wird in Flußsäure und Schwefelsäure gelöst, und die Flußsäure abgeraucht. Gepulvertes Metall ist auch in Schwefelsäure allein löslich. Dann wird mit H_2O_2 colorimetriert. — *Cd, Co, V.* Für die Abtrennung und Konzentrierung werden die Diäthyldithiocarbaminate mit Äthylacetat und Chloroform extrahiert (aus saurer Lösung ungefähr bei p_H 1). Cd wird mit Salpetersäure (1 : 1) wieder herausextrahiert und mit Dithizon bestimmt; V wird mit einem Gemisch aus Salpetersäure (1 : 1) und Perhydrol ausgezogen und als Phosphorwolframvanadinheteropolysäure bestimmt; Co entzieht man dem Lösungsmittel mit einem Gemisch aus Salpetersäure und Salzsäure und bestimmt mit Nitroso-R-salz. *Stickstoff* wird durch Destillation als Ammoniak nach dem Lösen in Flußsäure bestimmt. *Kohlenstoff* ergibt sich durch Verbrennung. W. BÖHM

Zur amperometrischen Wolframbestimmung in Ferrowolfram versetzt man nach N. M. DEGTEREV[2] 2,5 g Probe in einer Pt-Schale mit 10 ml Flußsäure, gibt dann tropfenweise Salpetersäure (D 1,42) bis zur völligen Lösung zu und raucht

[1] Zavodskaja Laborat. **22**, 1019—1024 (1956) [Russisch].
[2] Zavodskaja Laborat. **22**, 167 (1956) [Russisch].

nach Zusatz von 25—30 ml Schwefelsäure (1:2) bis zur Bildung von SO_3-Dämpfen ab. Man kühlt die Flüssigkeit mit der ausgeschiedenen Wolframsäure ab, neutralisiert mit 30%iger Natronlauge, gibt noch 100 ml davon im Überschuß zu, um H_2WO_4 als Wolframat zu lösen, und füllt auf 500 ml auf. Man läßt das Eisenoxydhydrat absitzen und filtriert 75—100 ml Lösung ab. Zur Wolframbestimmung neutralisiert man 20 ml Lösung vorsichtig mit Essigsäure (1:3) gegen Lackmus bis zur schwach sauren Reaktion; der Essigsäureüberschuß darf nicht größer als 1—2 ml sein. Nachdem man noch 100 ml Wasser und 3 g Natriumacetat zugefügt hat, wird mit einer 2%igen essigsauren Lösung von 8-Oxychinolin bei einer angelegten Spannung von 1,4 V titriert, indem man die Maßlösung in 1 ml-Portionen zugibt. Man bereitet die Maßlösung, indem man 10 g Oxin in 50 ml konz. Essigsäure löst und die Lösung auf 500 ml auffüllt. Die Titerstellung erfolgt unter den Bedingungen der Arbeitsvorschrift mit einer Standardprobe von Ferrowolfram.

W. Böhm

Mikrobestimmung von Borspuren in Uran und Graphit. J. F. Possidoni-de-Albinati und R. H. Rodríguez-Pazqués[1] haben die *spektrophotometrische Curcuminmethode* in bezug auf ihre Fehlerquellen überprüft und festgestellt, daß es unbedingt notwendig ist, die Zeiten zum Eindampfen der Lösungen während der Farbentwicklung gleich zu halten (s. auch unten). Je kürzer die Eintrocknungszeit ist, desto kräftiger ist die Farbe. Man besorgt das Eindampfen deshalb zweckmäßig in gut wärmeleitendem Material (Platin). Die Empfindlichkeit der Methode beträgt 0,00014 μg/cm^2. Der Bestimmungsfehler ist kleiner als 0,06 μg. — *Ausführung. Zur Borbestimmung in Uran* löst man eine 0,1 bis 5 μg B enthaltende Menge des Metalls so, daß eine Verflüchtigung der Borsäure mit Wasserdämpfen unterbleibt, neutralisiert die Lösung gegen Methylrot als Indicator und bringt sie in den Destillationskolben. — *Zur Bestimmung in Graphit* mischt man die fein zerteilte Probe im Platinschiffchen mit heiß gesättigter $Ba(OH)_2$-Lösung zu einer homogenen Paste und verbrennt anschließend im Quarzrohr im langsamen Sauerstoffstrom bei 750—800° C. Die entweichenden Gase werden durch 10%ige Natronlauge geleitet. Der Rückstand im Schiffchen und die alkalische Lösung in der Vorlage werden in den Destillationskolben gebracht. Die Destillation geschieht in jedem Falle in den mit Perchlorsäure angesäuerten Lösungen unter Zusatz von 30—50 ml Methanol in üblicher Weise. Die Vorlage enthält 0,2 ml 10%ige Natronlauge, die man mit Wasser soweit verdünnt, daß das Kühlerende eintaucht. Nach beendeter Destillation engt man die Vorlageflüssigkeit im Wasserbad auf wenige Milliliter ein und überführt in eine Platinschale von etwa 45 ml Inhalt. Gleichzeitig wird ein Blindversuch mit den Reagentien angestellt. In weitere gleiche Platingefäße kommen je 0,2 ml 10%ige Natronlauge und wäßrige Borsäurelösungen von bekanntem Gehalt (1 μg/ml) sowie eine Blindlösung ohne Borzusatz. Man bringt alle Lösungen auf einem Sandbad zur Trockne und fügt nach dem Abkühlen die zum Ansäuern notwendige Menge Perchlorsäure (1 + 4) zu. In allen Gefäßen soll dann das Volumen gleich sein (etwa 0,3 ml). Man versetzt nun die Lösungen mit je 5 ml Curcuminreagens [äthanolische Lösung von 15 g Oxalsäure + 100 ml Salzsäure (15 ml konz. Säure + 85 ml Wasser) + 1 g Curcumin, mit Äthanol zu 1 Liter ergänzt] und erhitzt alle Gefäße *gleichzeitig* in einem Bad von 55 bis 58° C bis zur vollständigen Trockne. Nach dem Abkühlen kommen in jedes Gefäß 15 bis 20 ml (genau gemessen) Methanol oder Aceton. Die gelben bis roten Lösungen werden rasch durch trockne Filter in 1- bis 2 cm-Küvetten filtriert und bei 540 mμ gemessen. Wegen der Empfindlichkeit der Färbungen gegenüber kleinen Änderungen der Versuchsbedingungen kann man nicht mit vorbereiteten Eichkurven arbeiten. Das Beersche Gesetz ist erfüllt.

Irmgard Pfitzer

[1] An. Asoc. quím. argent. **43**, 215—226 (1955). Dirección Nac. Energía Atómica.

L. Silverman und K. Trego[1] bestimmen *Mikromengen Bor in Uranmetall und Uranylchloridlösungen* durch direkte colorimetrische Messungen nach der Curcumin-Oxalsäure-Methode *ohne vorhergehende Methanoldestillation*. Durch Zugabe von überschüssiger Oxalsäure wird Uran in einen acetonlöslichen Uran-Oxalat-Komplex übergeführt, der nicht entfernt zu werden braucht. Die Einhaltung der für verschiedene U-Mengen jeweils angegebenen Mengen Oxalsäure und Salzsäure ist wichtig. Die Anwendbarkeit des Verfahrens liegt zwischen 0,3 und 50 μg B bei Gegenwart von 100 mg U in 25 ml Lösung. Unlösliches Bor wird nach erfolgter Carbonatschmelze bestimmt. — *Arbeitsweise.* Man neutralisiert eine B-haltige Uranylchloridlösung gegen Phenolphthalein mit 10%iger Sodalösung, fügt 1 ml davon im Überschuß hinzu und dampft bei 110—120° C zur Trockne ein. Nach dem Abkühlen nimmt man bis zum Umschlag des Indicators nach Hellgelb mit Salzsäure (1:4) auf und fügt 0,1 ml Säure im Überschuß hinzu. Dann versetzt man je nach dem U-Gehalt mit wechselnden Mengen 10%iger Oxalsäurelösung, und zwar werden für 25 mg Uran 10 ml, für 50 mg Uran 15 ml und für 100 mg Uran 25 ml benötigt. Nach dem Zufügen von 3 ml Curcumin-Indicatorlösung[2] dampft man bei 55° C zur Trockne ein. Die dazu benötigte Zeit ist kritisch für die Analyse. Die Feuchtigkeit muß vollständig entfernt sein. Es ist aber schädlich, die Probe länger als höchstens 30 min nach Beseitigung der letzten Feuchtigkeit bei 55° C zu belassen. Nun wäscht man den Tiegel mehrmals mit geringen Mengen Aceton, filtriert die rote Lösung des Borkomplexes, füllt zur Marke auf und bestimmt die Extinktion in einem Beckman-Spektrophotometer bei 535 mμ und einer Schlitzweite von 0,04—0,07 gegen eine B-freie Vergleichslösung. Zu deren Herstellung dampft man die U-Lösung 5mal schnell mit 5 ml konz. Salzsäure ab und behandelt wie beschrieben. Die Auswertung geschieht mit Hilfe einer Eichkurve. Zur *Borbestimmung in Uranmetall* löst man 500 mg Uranmetall mit 1 ml konz. Salzsäure und 1—2 ml Perhydrol in einem Erlenmeyer-Kolben mit aufgesetztem Glasrohr als Rückflußkühler, erwärmt bis zur vollständigen Zersetzung des Wasserstoffperoxyds, verdünnt mit dem gleichen Volumen Wasser und filtriert in einen 100 ml-Meßkolben. Das Filtrat wird zur Borbestimmung wie oben weiterbehandelt. Zur Bestimmung des unlöslichen Bors verascht man das Filter bei 850° C, kühlt, fügt 0,2 g wasserfreie Soda hinzu und schmelzt 10—15 min. Nach Auflösen in wenig Wasser und Zugabe eines Tropfens Phenolphthaleinlösung dampft man bei 100—110° C ein, nimmt mit Salzsäure auf und verfährt zur Borbestimmung in der uranfreien Lösung nach der früher[2] gegebenen Vorschrift. Hildegard Pluskal

Eine Methode zur Bestimmung von Phosphor in niedrig gekohltem Ferrochrom haben B. Bagshawe und A. L. Pill[3] ausgearbeitet. Die Hauptmenge des Chroms wird als Chromylchlorid verflüchtigt, da Chromgehalte von mehr als 30% die Fällung des Ammoniumphosphormolybdates in einem für Serienanalysen untragbaren Ausmaß verlangsamen. — *Arbeitsweise.* 2 g der Legierung (bei Gehalten über 0,1% Phosphor 1 g) werden mit 15 ml Salpetersäure (D 1,42) und 50 ml Salzsäure (D 1,16) unter gelindem Erwärmen gelöst. Falls ein größerer Anteil ungelöst zurückbleibt, muß die Probe mit mehr Salzsäure (50—70 ml) neu angesetzt werden. Nach dem Lösen dampft man nach Zugabe von 35 ml Perchlorsäure (D 1,54) bis zum beginnenden Rauchen ab. — Die Legierung kann auch in 5 ml Brom und 25 ml Salz-

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **15**, 439—445 (1956). Atomics Intern., A Div. of North Amer. Aviation, Inc., Canoga Park, Calif. (USA).

[2] Silverman, L., and K. Trego: Analyt. Chemistry **25**, 1264 (1953); vgl. diese Z. **145**, 54 (1955).

[3] Metallurgia (Manchester) **54**, 251—254 (1956). Brown-Firth Res. Labs., Sheffield (England).

säure gelöst und vor Zugabe von Perchlorsäure mit 10 ml Salpetersäure versetzt werden. Die anfallende Lösung wird 4mal mit je 10 ml Salzsäure abgeraucht. Nach dem Abkühlen gibt man 10 ml Salzsäure sowie 25 ml heißes Wasser zu, erhitzt zur vollständigen Reduktion von restlichem Chrom 3 min zum Sieden, filtriert, wäscht mehrmals mit kleinen Mengen heißer verdünnter Salzsäure (2:98) aus und verwirft den Rückstand. Im Filtrat wird nach Zugabe von 10 ml Bromwasserstoffsäure (D 1,46) die Salzsäure abgedampft, wobei jedoch erneute Oxydation des Restchroms zu vermeiden ist. Der Rückstand wird in 25 ml heißem Wasser gelöst und auf 75 ml verdünnt. Nach Zugabe von 8 g Ammoniumnitrat versetzt man bei 80° C mit 35 ml kalter, frisch filtrierter Molybdatlösung (100 g 98—100%iges Molybdäntrioxyd werden in 240 ml Wasser suspendiert, durch Zugabe von 170 ml Ammoniak [D 0,880] gelöst und unter Schütteln in 1250 ml Salpetersäure [D 1,20], die 0,04 g Phosphorsalz enthält, eingegossen; nach Stehen über Nacht wird die Lösung filtriert), schüttelt kräftig bis zur Bildung eines Niederschlages und läßt über Nacht bei Zimmertemperatur stehen. Für Routineanalysen genügt ein 30 minutiges Stehen. Man filtriert und wäscht mit kalter Salpetersäure (2:98). — Bei Serienanalysen wäscht man den Niederschlag mit 2%iger Kaliumnitratlösung säurefrei, versetzt Filter und Niederschlag mit einem genauen Überschuß an n/6,74 Natronlauge, schüttelt nach Zugabe von 50 ml kaltem, ausgekochtem dest. Wasser bis zur Auflösung des Niederschlages und titriert mit n/6,74 Schwefelsäure gegen Phenolphthalein als Indicator. — Für sehr genaue Bestimmungen wird folgende *Arbeitsweise* vorgeschlagen: Der Niederschlag wird mit 15 ml (bei Gehalten von 0,1% Phosphor mit mehr) Ammoniaklösung (1:1) gelöst. Nach gründlichem Auswaschen des Filters mit heißem Wasser neutralisiert man das Filtrat mit Ameisensäure (D 1,20) gegen Bromkresolpurpur, gibt 2 ml im Überschuß sowie 50 ml 25%ige Ammoniumchloridlösung hinzu, verdünnt zu 200 ml und erhitzt zum Sieden. Man fällt *langsam* unter Rühren mit 40 ml 1%iger Bleiacetatlösung, kocht unter Zugabe von Filterschnitzeln 2—3 min, filtriert, wäscht gut mit heißem Wasser aus und bringt nach Veraschen (nicht über 650° C) als $PbMoO_4$ zur Wägung. Eine Blindprobe aller verwendeten Reagentien ist gleichzeitig anzusetzen. — Die Beleganalysen zeigen, daß Phosphormengen von 0,01—0,05% bis auf 0,002% genau wiedergefunden werden und daß beide Arbeitsweisen bis auf 0,002% übereinstimmende Werte ergeben. H. Garschagen

Silicium in Eisenmetallen bestimmt E. I. Fogelson[1] photocolorimetrisch nach Reduktion des Siliciummolybdänkomplexes mit Eisen(II)-sulfat [Zinn(II)-chlorid gibt nicht so beständige Färbungen]. — *Analysengang für Stahl.* Man löst 0,1 g der Probe in 10 ml Schwefelsäure (1:8), fügt dann 5 ml Salpetersäure (1:4) zu, verkohlt die Stickoxyde, filtriert, wenn sich Wolframsäure abgeschieden hat, und füllt im 100 ml-Maßkolben zur Marke auf. Man entnimmt zweimal je 5 ml, bringt sie in 50 ml-Maßkolben und verdünnt mit 20 ml Wasser. In den einen Kolben kommen anschließend 5 ml 5%ige Ammoniummolybdatlösung. Das ausgefallene Eisenmolybdat wird nach 3 min in 10 ml einer 3%igen Ammoniumoxalat- oder Oxalsäurelösung unter Schütteln gelöst. Man fügt sofort 5 ml 6%ige Lösung von Mohrschem Salz hinzu, füllt auf und mißt unter Verwendung eines Rotfilters gegen die Lösung in dem zweiten Kolben, die die gleichen Reagentien mit Ausnahme des Ammoniummolybdats enthält. Die Eichkurve wird unter den gleichen Bedingungen aufgestellt. — Von *hitzebeständigen Stählen* löst man 0,1 g in einem Gemisch aus 10 ml Salzsäure (1:2) und 5 ml Salpetersäure (1:2), von *Roheisen* löst man je nach Si-Gehalt 0,1 bis 0,05 g der zu untersuchenden Probe in Schwefelsäure (1:8). Bei einer Einwaage von 0,05 g ersetzt man den fehlenden Eisenrest durch Zufügen

[1] Zavodskaja Laborat. **22**, 163—165 (1956) [Russisch]. Stalin-Autom.-Werk.

einer Ammoniumeisenalaunlösung. Nachdem man die Lösung oxydiert und einige Minuten auf dem Wasserbad gehalten hat, filtriert man in einen 250 ml-Maßkolben und entnimmt zur Weiterverarbeitung nach der obigen Vorschrift 2 aliquote Teile von je 5 ml. W. Böhm

Für die flammenphotometrische Bestimmung von Lithium, Rubidium und Caesium in Gesteinen gibt E. L. Horstman[1] folgende *Arbeitsvorschrift*. 0,5 g der Probe werden in einem 50 ml-Platintiegel mit Wasser, 0,8 ml 18 n Schwefelsäure, 2 Tropfen Salpetersäure und 10—15 ml 48%iger Flußsäure vermischt und unter gelegentlichem Umrühren eingedampft. Nach dem Abkühlen nimmt man mit einigen Millilitern Wasser auf, setzt 0,1 ml 36 n Schwefelsäure zu, dampft erneut ein und wiederholt dies nach neuem Zusatz von 5 ml Wasser. Der Rückstand wird in 25 ml Wasser gelöst, die Lösung auf 70—80 ml aufgefüllt und nach Zugabe einiger Tropfen Bromthymolblau als Indicator mit festem Calciumcarbonat neutralisiert. Die Lösung mit Niederschlag bleibt über Nacht stehen. Hiernach wird bis zum Sieden erhitzt und filtriert. Der Niederschlag wird mit heißem Wasser nachgewaschen, bis Filtrat und Waschwasser 150 ml ausmachen. Diese 150 ml werden bis auf 50 ml eingedampft und nach dem Abkühlen mit 50 ml 95%igem Äthylalkohol versetzt, so daß das Calcium als Sulfat ausfällt. Auch diese Lösung mit Niederschlag bleibt über Nacht stehen. Dann wird filtriert und mit Äthanol-Wassergemisch (1:1) gewaschen. Das Filtrat wird auf dem Dampfbad zur Trockne eingedampft, der Rückstand mit Wasser aufgenommen und auf 50 ml aufgefüllt. Diese Lösung wird mit einem Beckman-DU-Spektralphotometer mit Flammenzusatz untersucht. Bei voller Empfindlichkeit werden dazu mit 0,4 mm Spaltbreite die Lithiumlinie bei 671 mμ, mit 0,15 mm Spaltbreite bei 795 mμ Rubidium und mit 0,2 mm Spaltbreite bei 852 mμ Caesium gemessen. Als Nachweisgrenze werden 2 ppm in der Probe angegeben. — Der Verf. überprüfte die Methode, indem er bekannte Gehalte den Proben beimischte und diese auch flammenphotometrisch wiederfand. Außerdem wurden die Ergebnisse mit solchen verglichen, die nach anderen Methoden gewonnen wurden. F. Rosendahl

Für die Bewertung eines Analysenverfahrens zur Bestimmung von Zink und Eisen in Zinkblenden benutzte K. Doerffel[2] statistische Methoden[3]. Eisen und Zink wurden durch einen Anionenaustauscher (Wofatit L 150, Säule 18 × 0,8 cm, Korngröße 0,08—0,15 mm) von den Begleitelementen getrennt. Das Eisen wurde nach Reinhardt-Zimmermann titrimetrisch, das Zink mit Kaliumhexacyanoferrat(II) potentiometrisch bestimmt. Bei der Zinkbestimmung war kein systematischer Fehler festzustellen, während bei der Eisenbestimmung ein grundsätzlicher Mehrverbrauch von etwa 0,1 ml 0,1 n $KMnO_4$-Lösung gefunden wurde. Der Verf. führt diesen Mehrverbrauch auf einen geringen eingeschleppten Eisengehalt zurück. Aus den bekannten Gleichungen zur Berechnung der mittleren Gesamtabweichung (systematischer Fehler), Standardabweichung (zufälliger Fehler) und Streubereich ergeben sich für die Eisen- und Zinkbestimmungen folgende Werte aus 18 Messungen:

Mittlere Gesamtabweichung $\bar{a}$:	Zink 0,9955; Eisen 1,0166
Standardabweichung S:	Zink 0,0118; Eisen 0,0087
Streubereich (3 S) in Prozent:	Zink 3,54%; Eisen 2,63%.

H. Specker

[1] Analyt. Chemistry 28, 1417—1418 (1956). Univ. Minneapolis, Minn. (USA).
[2] Chem. Techn. 8, 401—405 (1956). Bergakademie Freiberg (Sa.).
[3] Kaiser, H., u. H. Specker: diese Z. 149, 46 (1956).

Die quantitative röntgenographische Analyse von Tonmineralgemischen mit mehr als zwei Komponenten stößt nach F. Scheffer, B. Meyer, B. Ulrich und P. C. Oloffs[1] wegen der gegenseitigen Beeinflussung der Reflexe nach Lage und Intensität auf erhebliche Schwierigkeiten. Verff. haben diese Einflüsse an synthetischen 2-, 3- und 4-Komponentenmischreihen aus Montmorillonit, Kaolinit, Quarzsand und Illit untersucht, wobei nur Fraktionen mit Teilchengrößen unter 2 μ benutzt worden sind. Am wenigsten werden die Quarzreflexe von den Mischungspartnern beeinflußt; der Quarz hingegen übt unter Umständen starke Depressionen auf die Reflexintensität der Mischungspartner aus und drückt ihren Textureffekt stark herab. Im übrigen lassen sich halbquantitative Aussagen über die Zusammensetzung von 3- und 4-Komponentengemischen nur unter Hinzuziehung anderer Methoden wie Texturaufnahmen, Gitteraufweitung und Glühkontrolle gewinnen, da die in natürlichen Mineralgemischen auftretenden Störungen der röntgenographischen Messungen — Korngrößenunterschiede, Gehalte an amorphen Substanzen, mangelnde Röntgenidentität der Analysenminerale mit denen der Eichreihe — nicht quantitativ berücksichtigt werden können. Verff. geben eine Reihe von Reflexen mit den zugehörigen Netzebenenabständen an, die für die Analyse von 2- und 3-Komponentengemischen der obengenannten Minerale geeignet sind. Sie geben ferner eine Anordnung zur Herstellung haltbarer Substanzfilme für Texturaufnahmen an (Abbildung im Original). H. Specker

Zur Bestimmung des Glühverlustes von Tonerdehydraten hat H. Wiele[2] zahlreiche Modellversuche durchgeführt. Für die Versuche wurde reinstes Aluminium (99,993%) verwendet. Der nach Lösen des Metalles und Fällen mit Ammoniak bzw. Thiosulfat erhaltene Niederschlag wurde filtriert, sauber ausgewaschen und bei Temperaturen von 900—1500° C geglüht. Die Glühprodukte wurden über P_2O_5 im Exsiccator aufbewahrt. Es wurde festgestellt, daß es nicht zulässig ist, durch Differenzbildung aus der Bestimmung der Verunreinigungen und des Glühverlustes in der üblichen Art auf den Al_2O_3-Gehalt von technischen Tonerdehydraten zu schließen, weil bei der Ermittlung des Glühverlustes nach der gebräuchlichen Vorschrift[3] die Glühprodukte selbst nach Erhitzen auf 1200 bzw. 1350° C noch eine Hygroskopizität besitzen, die erhebliche Analysenfehler bewirkt und zu niedrige Glühverluste vortäuscht. Erst bei 1500° C wird Gewichtskonstanz des entstandenen Al_2O_3 unter völliger Ausschaltung der Hygroskopizität erreicht. K. Machner

Zur Schnellbestimmung von Phosphat in Loparitkonzentraten und Erzen zerkleinert man nach A. P. Osipov[4] das Konzentrat auf 74 μ Korngröße, wodurch der Apatit als alleiniger phosphorhaltiger Bestandteil vollständig freigelegt wird. Der so zerkleinerte Apatit löst sich gut in mit Salpetersäure angesäuerter Ammoniumnitratlösung. — *Ausführung.* 2 g Konzentrat werden auf 74 μ Korngröße (200 mesh) zerrieben und in einem 300 ml-Erlenmeyer-Kolben mit 50 ml eines Gemisches aus 280 g Ammoniumnitrat und 40 ml konz. Salpetersäure in 1 l Wasser behandelt. Zur Bindung des Fluors fügt man 0,1 g Borsäure hinzu, läßt 10 min sieden und füllt Lösung samt Niederschlag auf 100 ml auf. Durch ein trockenes Filter filtriert man 50 ml ab und fällt darin die Phosphorsäure als Phosphomolybdat, worauf man die Analyse mit der üblichen Titration mit Lauge beendet. Bei der Analyse von Erzen,

[1] Z. Pflanzenernähr., Düng., Bodenkunde **74**, 243—247 (1956). Univ. Göttingen.

[2] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **15**, 326—329 (1956). Chemie A.G., Hannover.

[3] Chemiker-Fachausschuß der Gesellschaft Deutscher Metallhütten- und Bergleute e.V., Analyse der Metalle, Schiedsverfahren, 2. Auflage, Band I, S. 21, 23 und 387, Springer-Verlag, Berlin 1949.

[4] Zavodskaja Laborat. **22**, 1168—1169 (1956) [Russisch].

die aus Apatit-Nephelin- und Fayalith-Gesteinen bestehen, behandelt man 1 g des zerkleinerten Materials in einer Porzellanschale mit 5 ml Salpetersäure (D 1,4). Man dampft auf dem Wasserbad zur Trockne, gibt 50 ml des Ammoniumnitrat-Salpetersäuregemisches zu, läßt 5 min sieden und verfährt weiter wie oben. Reine Malinite analysiert man wie Konzentrate, ebenso auch magnetische Agirinrückstände.

W. Böhm

Der Phosphatgehalt von Apatitkonzentraten und von Apatit-Nephelinerz kann nach L. D. Nikitina[1] aus dem Calciumgehalt berechnet werden, den man wie üblich durch Fällung des Calciums als Oxalat ermittelt. Die *Apatitkonzentrate* besitzen sehr gleichmäßige Zusammensetzung und von den vorhandenen Mineralien gehen mit verdünnter Salzsäure nur Apatit und der calciumfreie Nephelin in Lösung, d. h. es gelangen nur Ca und P in die Lösung, wie sie im Apatit vorliegen. Der Verf. zeigt, daß das Verhältnis von P_2O_5 zur Summe der Oxalate für verschiedene Konzentratproben tatsächlich nahezu gleich und fast der Apatitformel entsprechend ist. Die Verhältniszahl ist 0,7618; wendet man die Methode zur Schnellanalyse von *Apatit-Nephelinerzen* (21—25% P_2O_5) an, so beträgt der Umrechnungsfaktor 0,7485. Man fällt das Calcium bei $p_H \cong 4{,}4$ mit einem 20%igen Überschuß an Oxalsäure und neutralisiert bei einer Temperatur von nicht höher als 55° C, da sonst Ca teilweise als Phosphat ausfällt. Die Analysendauer beträgt 20 min; die Ergebnisse stimmen mit der Citratmethode und nach P. Nyssens erhaltenen auf 0,2%, meistens auf 0,1% überein. — *Analysengang.* Man versetzt 0,4 g trockenes Apatitkonzentrat oder Mineral mit 10 ml Salzsäure (1:1), läßt 4—5 min bedeckt sieden, gibt dann eine genau gemessene Menge (10 ml) 1 n Oxalsäurelösung zu, verdünnt auf 100 ml und erhitzt auf 50—53° C. Nach Zusatz von 3 Tr. Methylorangelösung wird langsam mit verdünntem Ammoniak bis zum Umschlag nach Gelb, bei der Analyse eines Minerals bis zu einer schwach rosa Tönung neutralisiert. Die neutralisierte Lösung bringt man samt Niederschlag in einen 200 ml Maßkolben, füllt auf, filtriert durch ein trockenes, hartes Faltenfilter, und titriert in 50 ml des klaren Filtrats nach Zugabe von 10 ml verdünnter Schwefelsäure (1:3) mit 0,025 n $KMnO_4$-Lösung bis zur bleibenden Färbung. Die Umrechnung auf den P_2O_5-Gehalt erfolgt mit den oben angegebenen Faktoren.

W. Böhm

Zur direkten photometrischen Bestimmung von Aluminium in Eisenerzen versetzt U. T. Hill[2] die salzsaure Lösung mit Natriummercaptoacetat (das Eisen zu einem farblosen Komplex bindet), ferner mit einer Pufferlösung von p_H 6 und mit Eriochromcyanin R. Die Farbintensität des entstehenden roten Aluminiumkomplexes wird bei 535 mμ gemessen. Zu einem aliquoten Teil der Lösung, der als Vergleichsprobe dient, wodurch der Einfluß von Beryllium, die Eigenfarbe des Eriochromcyanins u. a. störende Einflüsse eliminiert werden, wird zusätzlich Äthylendiamintetraacetat (ÄDTA) gegeben. Die Bestimmung kann in 20 min durchgeführt werden. Das Beersche Gesetz wird bis zu Al-Gehalten von 10% oder höher erfüllt. — *Ausführung.* 0,2 g des Erzes (100 mesh) schmelzt man mit 2 g Na_2CO_3, löst nach dem Erkalten mit 30 ml Salzsäure (1:2), kocht und verdünnt auf 250 ml. Je 1 ml dieser Lösung (bei < 0,5% Al 2 ml) pipettiert man in je einen 50 ml-Meßkolben, versetzt beide mit 25 ml einer 0,3%igen Natriummercaptoacetatlösung (1,5 g + 50 ml Äthanol in 500 ml), gibt zur Blindprobe 25 ml ÄDTA-Lösung (0,4 g + 50 ml Äthanol im Liter) und zu beiden Lösungen 5 ml einer 0,075%igen Lösung von Eriochromcyanin R (0,75 g + 25 g NaCl + 25 g NH_4NO_3 + 2 ml Salpetersäure

[1] Zavodskaja Laborat. 22, 154—157 (1956) [Russisch]. Kombinat „Apatit".

[2] Analyt. Chemistry 28, 1419—1424 (1956). Inland Steel Co., East Chicago, Ind. (USA).

[D 1,42] im Liter), versetzt nach dem Mischen mit 5 ml eines Acetatpuffers (320 g Ammoniumacetat + 5 ml Eisessig im Liter) und füllt zur Marke auf. Die Lichtabsorption wird in einer 1 cm-Zelle mit einer Spaltbreite von 0,025—0,04 mm bei 535 mμ gemessen. Die Werte erhält man aus einer Eichkurve. G. Denk

Ein Verfahren zur schnellen Bestimmung des Arsens in antimonfreien Erzen und anderen nichtmetallischen Stoffen, sowie in salpetersäurebeständigen Ferrolegierungen beschreibt H. Ploum[1] in Anlehnung an eine frühere Arbeit[2]. Zwecks Vermeidung von Arsenverlusten, die beim Lösen der Proben in Salpetersäure/Flußsäuregemischen beobachtet wurden, wird ein oxydierender Schmelzaufschluß mit Natriumperoxyd gegebenenfalls unter Zusatz von Kaliumnatriumcarbonat vorgeschlagen. Bei säureunlöslichen Ferrolegierungen, die verhältnismäßig viel Aufschlußmittel erfordern und beim Auslaugen und Ansäuern unerwünscht große Flüssigkeitsvolumina verursachen, trennt man das Arsen durch Adsorption an Eisenhydroxyd von der Lösung ab. Die eigentliche Bestimmung des Arsens erfolgt in der früher beschriebenen Weise durch Destillation als Trichlorid und potentiometrische Titration. — *Aufschluß von Erzen, Sintern, Schlacken und Gläsern.* Bei einem Gehalt von 0,005—0,05% Arsen (0,05—0,1%; 0,1—0,2%; 0,2—0,5%) werden 4 g (2 g; 1 g; 0,5 g) der feingepulverten und bei 105° C getrockneten Probe im Degussittiegel mit 8 g (4 g; 2 g; 2 g) Natriumperoxyd p. a. (bei Gegenwart von viel Kieselsäure zusätzlich 1 g Kaliumnatriumcarbonat) bis zur klaren Schmelze erhitzt und nach dem Erkalten im Destillierkolben mit 20 ml Wasser unter Erwärmen ausgelaugt. Man säuert vorsichtig mit 10 ml Schwefelsäure (1:1) sowie 15 ml Mischsäure an und gibt ein Wägeschäufelchen Quarz hinzu. Etwa vorhandenes Permanganat und Chromat werden mit 98—100%iger Ameisensäure reduziert. Bei Abwesenheit von Permanganat und Chromat setzt man 10—20 Tr. Ameisensäure zu, kühlt auf 30° C ab und verfährt weiter, wie in der früheren Arbeit angegeben wurde. — Zur Arsenbestimmung in *salpetersäurebeständigen Ferrolegierungen* wird im Degussittiegel oder in einem Reinnickeltiegel, den man mit einem Futter von 1 g geschmolzenem Natriumcarbonat ausgekleidet hat, 1 g Magnesiumoxyd p. a. mit 1 g feingepulverter Probe und 8 g Natriumperoxyd vermischt und bis zur klaren Schmelze erhitzt. (Legierungen wie Ferrosilicium und dergleichen werden zunächst mit 8 g Kaliumnatriumcarbonat, dann mit 8 g Natriumperoxyd geschmolzen.) Nach dem Erkalten laugt man mit 50 ml (bei Ferrosilicium 75 ml) Wasser aus und säuert mit 50 ml Schwefelsäure (1:1) an. Eine im Gang der Analyse auftretende Abscheidung von Wolframsäure bleibt unberücksichtigt. Durch Fällen mit Ammoniak bei 40—50° C wird das Arsen mit Eisenoxydhydrat abgeschieden. Da für 1 mg Arsen 6 mg Eisen(III) erforderlich sind, ist gegebenenfalls Ammoniumeisen(III)-sulfatlösung zuzusetzen. Die überstehende Lösung wird abgesaugt, der Niederschlag zentrifugiert und nach dem Absaugen der überstehenden Lösung in 3 ml Schwefelsäure und 15 Mischsäure gelöst. (Bei Ferrosiliciumproben und dgl. zentrifugiert man den gesamten Inhalt des Becherglases.) Nach dem Überspülen in den Destillierkolben verfährt man weiter wie oben. Bei sehr niedrigen Arsengehalten werden die Destillate zweier Proben in einer Vorlage vereinigt. — Die Beleganalysen zeigen einen mittleren Fehler von über 1% nur bei Arsengehalten von unter ~ 0,6 mg; bei Gehalten bis zu 270 mg sinkt der Fehler unter 0,5%.

H. Garschagen

---

[1] Arch. Eisenhüttenwes. **27**, 761—766 (1956). Max-Planck-Inst. Eisenforsch. Düsseldorf.

[2] Ploum, H., und E. Schaefer: Arch. Eisenhüttenwes. **27**, 637 (1956); vgl. diese Z. **156**, 455 (1957).

Namen- und Sachverzeichnis des 156. Bandes

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

Abdine, H., siehe Flaschka, H.
Abrahamczik, E., siehe Hermann, R. Handbuch der landw. Versuchs- und Untersuchungsmethodik 199 [L]
Ada, G. L., siehe Gottschalk, A.
Adams, J. T., siehe Hauser, C. R.
Adams, M. L., siehe Swann, M. H.
Agterdenbos, J. Abkühlungszeit von Porzellantiegeln in Exsiccatoren 361
Ahrens, L. H. Quantitative Spectrochemical Analysis of Silicates. A Scheme of Quantitative DC Arc Analysis of the Silicate Minerals, Rocks, Soils and Meteorites 199 [L]
Airan, J. W., siehe Gaitonde, P. Y.
Albert, R., Buchner, E., und Rapp, R. Trocknung von Hefe mit Aceton 393
Alder, K., siehe XIV. Internat. Kongreß f. Reine u. Angew. Chem. 115 [L]
Aleksandrov, A. T., siehe Bobrova, M. I.
Alimarin, I. P., und Cincevič, E. P. Chromatographische Trennung von Gallium von Zink und anderen Metallen 439
Alimarin, I. P., und Gibalo, I. M. Trennung des Berylliums von Aluminium und anderen Elementen 435
Alimarin, I. P., und Stepanjuk, E. I. Trennung von Niob und Tantal von Titan 446
Allen, H. R. Kaliumbestimmung in Düngemitteln 386
Alling, E., siehe Monty, K. J.
Allsopp, H. J. Bestimmung von Magnesiumoxyd in Magnesiummetall 46
Allsopp, H. J., und Wingfield, P. M. Flammenphotometrische Bestimmung von Lithium in Magnesium-Lithium-Zink-Legierung 456
Alther, R., siehe Büchi, J.
Alvarez, J. E. Jodometrische Bestimmung von Hypophosphit und Phosphit nebeneinander 146
Ambrož, M., siehe Stehlík, A.
Amin, A. M. Bestimmung von Ammonium, Kalium, Rubidium und Caesium als Tetraphenyloborate 433
Amin, A. M., Issa, I. M., und Issa, R. M. Potentiometrische Titration von Antimon 302
Amon, M., siehe Kimbel, K. H.
d'Amore, G. Trennung von Phosphor- und Arsensäuren 146
Anderegg, G., Flaschka, H., Sallmann, R., und Schwarzenbach, G. Phthaleinkomplexon als Indicator 293, 296
Anderson, J. R. A., und Garnett, J. L. Fluorimetrische Bestimmung von Zinn 141
Anderson, J. R. A., und Lowy, S. L. Fluorimetrische Bestimmung von Zinn 141
Anderson, K., Bettis, E. S., und Revinson, D. Hochfrequenztitrimeter 121
Anderson, R. L., siehe Moore, C. E.
Andrew, T. R., und Gentry, C. H. R. Bestimmung von Silicium in Stahl 55
Anisimova, Ju. N., siehe Despiller, A. D.
Anselmi, S. Untersuchung von Milch und Milch-Käseprodukten 371
AOAC, siehe Association of Official Agricultural Chemists
Apt, L., siehe Peters, T.
Arlt, jr., H. G., und Sarkanen, K. Apparatur zur Alkoxylbestimmung nach Vieböck und Schwappach 160
Armstrong, A. W. Bestimmung von Kaliumbromat in Mehlen 367
y Arnal, G. T., siehe Gaspar y Arnal, T.
Asahi, Y. Polarographische Bestimmung von Naphthochinonderivaten 220
Asano, C., siehe Shionoya, M.
Association of Official Agricultural Chemists. Bestimmung von Phosphor in biologischem Material 237
Astaševa, A. A., siehe Jacimirskij, K. B.
Audouze, B., siehe Remy-Genneté, P.

Auerbach, F., und Borries, G. Pyknometrische Bestimmung von Wasser in Honig 365

Babaev, M. V. Bestimmung von Silicium in Wolframlegierungen und Ferrowolfram 382
Babkin, M. P. Nachweis von Cadmium neben Kupfer 138
Babko, A. K., Klejner, K. E., und Markova, L. V. Bestimmung von Sauerstoff in verschiedenen Oxyden 59
Babko, A. K., und Radzikovskaja, S. V. Zinkquecksilberrhodanid als Spurenfänger 355
Bacon, A., und Milner, G. W. C. Bestimmung des Urangehaltes von Oxyden und Metallen 303
Badin, J., Jackson, C., und Schubert, M. Differenzierung von Aminozuckern 240
Bagshawe, B., und Pill, A. L. Bestimmung von Phosphor in niedrig gekohltem Ferrochrom 459
Bak, B., und Christensen, D. Infrarotanalyse fester Körper 115
Bakács-Polgár, E., siehe Szekeres, L.
Baker, W. J. Geräte für die Infrarotspektroskopie 284
Balog, G., siehe Runner, M. E.
Bandelin, F. J., siehe Pankratz, R. E.
Banks, Ch. V., und O'Laughlin, J. W. Bestimmung von Cer und Chrom in Cer-Uran-Chromlegierungen 202
Bapat, M. G., siehe Deshmukh, G. S.
Barakat, M. F., siehe Flaschka, H.
Barannikov, G. I., Untersuchung des unlöslichen Rückstandes, der Bariumsulfat enthält 126
Barcsay, I., siehe Kőszegi, D.
Barnes, W., siehe Klatskin, G.
Barreto, A. Bestimmung von Kreide in Mehl mit Chloranilsäure 367
Barron, E. S. G., siehe Redfield, R. R.
Bartlett, J. K., siehe Skoog, D. A.
Barton, D. H. R., siehe XIV. Internat. Kongreß f. Reine u. Angew. Chem. 115 [L]
Bates, R. G., und Bower, V. E. Puffergemische für p_H-Werte zwischen 7 und 13 122
Bauer, K. H., und Moll, H. Identifizierung von Polyolen 73
Baumann, H. Chromatographische Trennung von Kieselsäuren 141
Bauschinger, Cl. Bestimmung von Fett- und Wachsseifen 71
Beck, M. T., und Ébrey, P. Papierchromatographische Trennung verschiedener Substanzen, die Molekülverbindungen mit dem Entwickler ergeben 286
Becker, E. Papierchromatographische Untersuchung von Quellstoffen 319
Becker, E., und Eder, M. Papierchromatographische Identifizierung von Quellstoffen in Lebensmitteln 319
Beiles, R. G., Mikrokristallreaktion zum Nachweis von Titan 443
Belcher, R., Gibbons, D., und West, T. S. Versuche mit Uran(IV)-lösungen als Maßflüssigkeit 124
Belderok, B., Mikrobestimmung von α-Amylase in Getreide- und Mahlprodukten 368
Belenkij, L. I., p_H-Kontrolle und p_H-Regulierung 122
Beljaev, Ju. I., siehe Zajdel', A. N.
Belt, W. D., und Hayes, E. R. Histochemische Reaktion auf ungesättigte Fette 238
Benne, E. J., van Hall, N. H., und Pearson, A. M. Analyse von frischem Fleisch 373
Bennewitz, R. Bestimmung des Ionentyps capillaraktiver Stoffe mit Hilfe von Farbindicatoren 356
Berezovskaja, B. Je., siehe Sjavcillo, S. V.
Berg, E. W., siehe McIntyre, R. T.
Berg, H. Bezugselektroden in der Polarographie 38
Bergamini, C., und Rovai, A. Zusammenhang zwischen R_f-Wert und Ionengröße in der Zirkularchromatographie 34
Bergmann, W., siehe Jayme, G.
Berl, W. G. Physical Methods in Chemical Analysis Bd. III 353 [L]
Bermejo-Martínez, F., und Prieto-Bonza, A. Anwendung der Komplexone in der analytischen Chemie 128 — Bestimmung von Molybdän in Böden 387
Bethge, P. O., und Carlson, O. T. Bestimmung von Methoxyl (Alkoxyl) 159
Bettis, E. S., siehe Anderson, K.
Beukenkamp, J., siehe Grande, J. A.
Beythien-Heimann. Einführung in die Lebensmittelchemie. 4. Aufl. 317 [L]
Bézier, D. Übersicht über die elektrochemischen Analysenmethoden 37
Bhagwan, H., siehe Chatterji, A. C.

Bharucha, F. R., und Joshi, G. V. Papierchromatographische Identifiezierung organischer Säuren 211
Bhattacharya, S. K., Robson, J. S., und Stewart, C. P. Bestimmung von Glutathion in Blut und Geweben 393
Biefer, K. W., siehe Hadorn, H.
Biffen, F. M. Bestimmung von freiem Kalk und Carbonaten in Calciumsilicathydraten 64
Biltz, H., Klemm, W., und Fischer, W. Experimentelle Einführung in die anorganische Chemie 132 [L]
Bishop, J. R. Bestimmung von Aluminium in Eisen und Stahl 53
Blackwell, A. T., Daniel, A. M., und Miller, J. D. Bestimmung von Nickelverunreinigungen in Erdölcrackkatalysatoren 206
Blaedel, W. J., und Malmstadt, H. V. Titrationszelle für Hochfrequenztitrationen 121
Blair, A. J., und Pantony, D. A. Spektrophotometrische Bestimmung von kleinen Chrommengen nach chromatographischer Trennung 150
Blake, G. G. Lokalisierung von sichtbaren und farblosen Zonen in der Papierchromatographie 34
Blasius, E., und Czekay, A. Papierchromatographische und papierelektrophoretische Untersuchung und Trennung von Anionenverbindungen der Systeme Molybdän-Wolfram, Niob-Tantal und Silicat-Phosphat 81 [Or]. — siehe auch Jander, G., Neuere maßanalytische Methoden 354 [L]
Blažek, J., und Stejskal, Z. Polarographische Bestimmung von Phenolphthalein in pharmazeutischen Zubereitungen 222
Bliss, C. I. Mikrobiologische Bestimmung von Vitamin B_{12} 374
Bljum, I. A., und Syrjanova, N. G. Bestimmung kleiner Zinnmengen in Erzen 62
Boas, N. F. Reinigung von Zuckern durch Ionenaustausch 240
Bobrova, M. I., Matvejeva, A. N., Aleksandrov, A. T., Kobyljanskaja, T. V., und Sokolova, L. A. Polarographische Kontrolle des Stabilisatorgehaltes von Methylmethacrylat in dem Monomeren 209
Bobtelsky, M., und Rafailoff, R. Mikroheterometrische Bestimmung von Zink mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 456
Bockemüller, W., und Oerter, A. Zonenelektrophorese 120
Bode, H., siehe Fresenius-Jander: Handbuch der analytischen Chemie. 2. Teil. 112 [L]
Boehm, T., und Horsch, W. Gehaltsbestimmung des rohen Kresols 219
Böhme, H., und Strohecker, R. Extraktion von Morphin aus Mohnkapseln 231
Bogoslovskij, B. M. Analyse von Azofarbstoffen 77
Bojkina, B. S., siehe Peregud, E. A.
Bopp, A., siehe Gstirner, F.
Borchert, O. Überblick über die komplexometrischen Titrationen 290
Borovaja, M. S., siehe Tiličeev, M. D.
Borries, G., siehe Auerbach, F.
Bower, V. E., siehe Bates, R. G.
Box, F. W., siehe Bush, G. H.
Brabson, J. A., und Edwards, O. W. Bestimmung von Phosphor durch Fällung und Wägung als Oxinphosphormolybdat 144
Bradbury, J. H. Endpunktserkennung bei jodometrischen Titrationen 123
Brady, J. L., siehe Moore, C. E.
Bräuniger, H., und Hofmann, R. Mikroschmelzmethode zur Bestimmung von Pikraten von Phenothiazinderivaten 223, 224
Bragado Vega, J., siehe Gaspar y Arnal, T.
Brandt, W., und Schlund, F. Bestimmung von Gerbstoffen durch Agglutinationsmethode mit Blutkörperchenaufschwemmung 216
Brandt, W. W., siehe Hoffman, W. A.
Brdička, R. Polarographische Bestimmung von Eiweißstoffen in Kobaltlösungen 398
Brechlin, A., siehe Wendt, H.
Bretthauer, G., siehe Koch, J.
Bricker, C. E., siehe Tannenbaum, M.
Briggs, D. R., Garner, E. F., Montgomery, R., und Smith, F. Trennung von Kohlenhydraten an Glasfaserpapier 312
Briggs, D. R., Garner, E. F., und Smith, F. Elektrophoretische Trennung von Kohlenhydraten an Glasfaserpapier 312
Bright, H. A., siehe Lundell, G. E. F.
Brochon, R., und Eschmann, H. Komplexometrische Bestimmung von Phosphorsäure in Lebensmitteln 318

Brockett, C. P., siehe Byrne, P. H.
Brooker, L. G. S., siehe XIV. Internat. Kongreß f. Reine u. Angew. Chem. 115 [L]
Brooks, V. T., und Collins, G. A. Abhängigkeit der Trennung von der stationären Phase in der Gaschromatographie 36. — Trennwirkung stationärer Phasen in der gaschromatographischen Trennung von Pyridinbasen 316
Brouwer, T. Nachweis von Chloramin T in Lebensmitteln 320
Brown, J. F., und Volume, W. F. Titriergerät für Wasserbestimmungen nach Karl Fischer 363
Brückner, J. Bestimmung von Monosacchariden mit Orcin-Schwefelsäure 313
Brukl, A., und Faessler, A., siehe Fresenius-Jander: Handbuch der analytischen Chemie. 3. Teil 112 [L]
Brunauer, S., siehe Pressler, E. E.
Brunisholz, G., siehe Schweizer. Chemiker-Verb.: Ionenaustauscher im Laboratorium und in der Industrie 29 [L]
Bryant, W. M. D., und Smith, D. M. Bestimmung von Aldehydgruppen 72
Buchner, E., siehe Albert, R.
Budéšínský, B., und Vaníčková, E. Bestimmung von Theophyllin, Theobromin, Chinin, Analergin und Divascol 226
Büchi, J., und Alther, R. Gehaltsbestimmung von Amyl- und Äthylnitrit 215
Büchner, M., und Schöne, W. Leitfaden der Chemie für medizinische Berufe mit einem Anhang über die Grundlagen moderner chemischer Arbeitsmethoden im Klinik-Laboratorium 236 [L]
Buk, V. S., siehe Tiličeev, M. D.
Bunting, W. E. Bestimmung kleiner Gehalte an löslicher Kieselsäure 320
Burley, R. W. Bestimmung von Sulfhydrylgruppen in veränderten Wollfasern 210
Buser, W., Graf, P., und Grütter, W. F., siehe Schweizer. Chemiker-Verb.: Ionenaustauscher im Laboratorium und in der Industrie 29 [L]
Bush, G. H., Higgs, D. G., und Box, F. W. Analyse von Phosphatierungsmitteln für Stähle 58
Buyske, D. A., Owen, L. H., Wilder jr., P., und Hobbs, M. E. Chromatographie der 2,4-Dinitrophenylhydrazone einiger Aldehyde und Ketone im Tabakrauch 212
Buzás, I., siehe Erdey, L.
Byrne, P. H., und Brockett, C. P. Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes von Äthylacetat 68.

Čajka, M. P., siehe Zajdel', A. N
Calmar, C., und Costa, M. Konduktometrische Bestimmung von Kupfer 132
Calmettes, J., und Drain, J. Bestimmung von Stickstoff im Stahl 204
Campbell, D. N., siehe McIntyre, R. T.
Campbell, M. E., siehe Luke, C. L.
Canady, W. J., und Roe, J. H. Bestimmung von Menadion und Nachweis von Chinonen 221
Carelli, V., Liquori, A. M., und Mele, A. Chromatographie von Phenolen an Polyamiden 315
Carles, J. Mikrobestimmung von Phosphor in biologischem Material 237
Carlson, O. T., siehe Bethge, P. O.
Casini, A. Indirekte volumetrische Bestimmung von Sulfat und direkte Bestimmung von Barium 447
Casinovi, G. C., Lederer, M., und Marini-Bettolo, G. B. Bestimmung curareähnlicher Alkaloide in Strychnos-Drogen 232
Castiglioni, A. Komplexometrische Pyridinbestimmung 426 [Or]
Cattaneo, C., siehe Hirsch, A.
Cernia, E., siehe Lardera, M. R.
Černichov, Ju. A., und Dobkina, B. M. Bestimmung der Verunreinigungen von Zirkonium 457
Černý, P. Nachweis von Vanadium, Molybdän und Titan nebeneinander 445. — Siehe auch Okáč, A.
Chadejev, V. A., siehe Ždanov, A. K.
Chakrabartty, M. M., siehe Majumdar, A. K.
Chandra, U., siehe Chatterji, A. C.
Chatten, L. G. Maßanalytische Bestimmung von Barbitursäure 218
Chatterji, A. C., und Bhagwan, H. Studies on Paper Chromatography. II. Rhythmicity on Impregnated Filter Papers 7 [Or]
Chatterji, A. C., und Chandra, U. Lorentz-Lorenz Expression as a new Analytical Constant for Fats (Ghee) and Oils. Part II. Ghee 1 [Or]
Cheng, K. L. Neuer Indicator bei chelatometrischen Titrationen 292
Chmelař, V. Bestimmung von Chlorid in biologischem Material 389

Chowdhury, J. B. R., siehe Majumdar, A. K.
Christ, W., siehe Schober, R.
Christensen, D., siehe Bak, B.
Chung, D., siehe Levy, A. L.
Číhalík, J., und Terebová, K. Verwendung von Jodmonochlorid in der Maßanalyse 359
Cincevič, E. P., siehe Alimarin, I. P.
St. Clair Gantz, E., siehe Pierson, R. H.
Clevenger, J. F. Bestimmung flüchtiger Öle 452
Clinch, J. Bestimmung von Sulfat in Thoriumnitrat 68
Cline, W. D., siehe Warf, J. C.
Čmutov, K. V., siehe Olšanova, K. M.
Cohen, A. I., und Gordon, L. Bestimmung von Barium mit Äthylendinitrotetraacetat und Phthaleinpurpur als Indicator 296
Cohn, W. E., siehe Tompkins, E. R.
Collins, G. A., siehe Brooks, V. T.
Corbusier, P., und Gierst, L. Gerät zur Bestimmung der Tropfzeit von Quecksilbertropfelektroden 39
Costa, M., siehe Calmar, C.
Courtney, G. G., siehe Geiger, E.
McCoy, F. A., siehe Engelbrecht, R. M.
Crimmin, W. R. C., siehe Holmes, F.
Csiszár, B., siehe Jarabin, Z.
Čudinova, N. N., siehe Vinogradova, E. N.
Čulkova, Z. S., siehe Smirnova, L. G.
Curry, D. R., und King-Cox, J. T. Polarographische Zinkbestimmung in Aluminiumbronze 202
Czekay, A., siehe Blasius, E.

Daniel, A. M., siehe Blackwell, A. T.
Daniel, J. W., und Gage, J. C. Bestimmung von Epichlorhydrin in der Luft 378
Davankov, A. B., und Laufer, V. M. Bestimmung von Edelmetallen (Gold) durch Ionenaustauscher 296
Davies, I., und Hopkinson G. Bestimmung von Calcium in Regenwasser 380
Davis, D. G., siehe Lingane, J. J.
Davis, S. M., Lawrence, H. C., Royer, G. L., und Stamm, R. F. Raman-Spektrometer 363
Day jr., R. A., siehe Hill, Ch. H.
Dean, A. J., siehe Willard, H. H.
Dearborn, E. H., siehe Goldstein, L.
Degterev, N. M. Amperometrische Bestimmung von Wolfram in Ferrowolfram 457
Demarez, A., siehe Meunier, F.
Demina, E. A., siehe Korenman I. M.
Denis, W., siehe Folin, O.
Desbaumes, P., und Deshusses, J. Papierchromatographische Identifizierung von Thioglykolsäure und Thiomilchsäure in kosmetischen Präparaten 78
Deshmukh, G. S., und Bapat, M. G. Study of Acid and Reductant Functions of Hydrazine Sulphate by Iodate-Iodide Mixture 269 [Or] — Oxidative Determination of Thiosulphate by Alkaline Ferricyanide. Using Osmium Tetroxide as a Catalyst 105 [Or]. — Oxidation of Selenite by Alkaline Ferricyanide. Using Osmium Tetroxide as a Catalyst 273 [Or]. — Determination of Thiourea and its Methyl Derivatives by Hypoiodite Oxidation, and Iodine Monochloride End Point; Iodine Bromide End Point in the Titration of Thiourea with Iodate 276 [Or]
Deshusses, J., siehe Desbaumes, P.
Despiller, A. D., Gurinovič, M. A., und Anisimova, Ju. N. Nachweis von Cadmium 137
Detmar, D. A., und van der Velde, W. Bromatometrische Titration von Antimon in Zinn- und Bleilegierungen 50
Deuel, H., und Hutschneker, K., siehe Schweizer. Chemiker-Verb.: Ionenaustauscher im Laboratorium und in der Industrie 29 [L]
Dévay, J., und Mühlrad, E. Konduktometrische Titrationen mit Gleichstrom 290
Devor, A. W., siehe Winzler, R. J.
Dhar, S. K. Polarographische Bestimmung von Germanium 141
Dijkstra, G., Keppler, J. G., und Schols, J. A. Gerät zur gaschromatographischen Trennung hochsiedender Mischungen 36. — Siehe auch Keppler, J. G.
Di Lauro, S. F., siehe La Rosa, C. N.
Dillemann, G. Papierchromatographische Identifizierung von blausäurehaltigen Heterosiden 233
Dimler, R. J., siehe Jeanes, A., sowie Jones, R. W.
Dische, Z. Bestimmung von Uronsäuren 240
Djatlova, N. M., siehe Lastovskij, R. P.

Dobbins, J. T., und Ljung, H. A. Trennungsgang zum Nachweis der Anionen 284
Dobkina, B. M., siehe Černichov, Ju. A.
Doerffel, K. Bewertung eines Analysenverfahrens zur Bestimmung von Zink und Eisen in Zinkblenden 461
Dohan, J. S., und Woodward, G. E. Bestimmung von Glutathion 393
Doležal, J., Patrovský, V., Šulcek, Z., und Švasta, J. Bestimmung von Gallium in Kohlenaschen 69. — Siehe auch Kopanica, M.
Domanský, R. Flammenphotometrische Bestimmung von Natrium in Sulfatablaugen 66
MacDonald, A., siehe MacDonald, A. (unter M)
Doppler, G., siehe Patzak, R.
Doskočil, J. Nebeneinanderbestimmung von Chlortetracyclin und Tetracyclin 235
Drain, J., siehe Calmettes, J.
Dubouloz, P., Fondarai, J., Laurent, J., und Marville, R. Mikrobestimmung von Fettperoxyden durch Thiofluorescein 158
Dubouloz, P., Monge-Hedde, M. F., und Fondarai, J. Bestimmung von Fettperoxyden 158
Dubrovskaja, T. F., siehe Filippova, N. A.
Duff, McG. A., siehe West, Ph. W.
McDuffie, H. F., siehe Watson, G. M.
Dufraisse, C., siehe XIV. Internat. Kongreß f. Reine u. Angew. Chem. 115 [L]
Dupuy, P., und Puisais, J. Trennung der Mono- und Diglucoside von Rotweinen 449
Durquety, P. M., siehe Ribereau-Gayon, P.
Durrum, E. L., siehe Jencks, W. P., sowie Williams, F. G.
Durso, D. F., und Mueller, W. A. Lösungsmittelgemische zur papierchromatographischen Trennung von Zuckern 313
Dušinský, G. Bestimmung von Hexamethylentetramin 216. — Siehe auch Gruntová, Z.
Dušinský, G., und Gruntová, Z. Bestimmung von Phenolphthalein 223
Dutcher, J. D., siehe Pan, S. C.
Duval, Cl. Thermostabilität analytischer Standards 294
Duval, Cl., und Lecomte, J. Infrarotspektren von Metallsalzen mit der Gruppe XO_4 285. — Infrarotspektren von Phosphiten und Hypophosphiten 299/300

Dykes, F. W., Fletcher, R. D., Turk, E. H., Rein, J. E., und Shank, R. C. Untersuchung radioaktiver Stoffe 43

Earle, R. F., siehe van Etten, C. H.
Ebel, J.-P., und Volmar, Y. Papierchromatographische Trennung von Phosphaten 81
Eberhard, H. Papierelektrophorese 289
Eberius, E., siehe Jander, G. Neuere maßanalytische Methoden 354 [L]
Ébrey, P., siehe Beck, M. T.
Eckhardt, S., Koch, W., und Mahr, C. Analyse der Gefügebestandteile von Stählen 51
Eder, M., siehe Becker, E.
Edgerton, J. H., siehe Lee jr., J. E.
Edward, J. T. Beweglichkeit organischer Ionen in der Papierelektrophorese 37
Edwards, O. W., siehe Brabson, J. A.
Edwards, R. W. H., und Kellie, A. E. Trennung der Glucuronide von Harn-Ketosteroiden 240
Edwards, R. W. H., Kellie, A. E., und Wade, A. P. Herstellung des Trockenextraktes von Harn zur Bestimmung von Ketosteroiden 240
Eeckhout, J., und Weynants, A. Bestimmung von Vanadium im Stahl 204
Eisenbrand, J., Klauck, A., und Pfeil, D. Azofarbstoffe als Indicatoren zum Nachweis von Konservierungsmitteln und verwandten Stoffen 454
Elbeih, I. I. M. Bestimmung von Mikrogramm-Mengen Kupfer und Nickel durch komplexometrische Titration 434
Eldridge, A., und Sweet, T. R. Bestimmung von Phenylquecksilberacetat 75
Elson, L. A., und Morgan, W. T. J. Identifizierung von Hexosaminen 240, 398. — Siehe auch Morgan, W. T. J.
Emr, A., siehe Körbl, J.
Engelbrecht, R. M., und McCoy, F. A. Gewichtsanalytische Bestimmung von Kalium mit Natriumtetraphenyloborat 433
Engström, A., und Parrish, W. Röntgenabsorptions- und -fluorescenzmessung in der Analyse 33. — Siehe auch Parrish, W.

Enkelmann, D., siehe Schober, R.
Ennor, A. H., siehe Rosenberg, H.
Enomoto, K., siehe Takayama, Y.
Ensminger, L. G. Bestimmung von wasserunlöslichen Säuren in Butter 370
Entenman, C., siehe Kay, R. E.
Erbacher, O., siehe Fresenius-Jander: Handbuch der analytischen Chemie. 3. Teil. 112 [L]
Erdem, B. Wielandsche Retentionsanalyse 35
Erdey, L. u. Mitarb. Verwendung von Luminescenzindicatoren 357
Erdey, L., und Buzás, I. Anwendung von Lophin als neuem Chemilumineszenzindicator 356
Erdtman, H., siehe XIV. Internat. Kongreß f. Reine u. Angew. Chemie 115 [L]
Erving, J. J., siehe O'Leary, M. J.
Eschmann, H., siehe Brochon, R.
van Etten, C. H., Earle, R. F., McGuire, T. A., und Senti, F. R. Bestimmung von Morphin in Mohnpflanzen oder Opium 230

Faessler, A., siehe Brukl, A.
Fajans, K., siehe Jander, G., Neuere maßanalytische Methoden 354 [L]
Fauth, H., siehe Schulz, R. C.
Feinstein, H. I. Spektralphotometrische Bestimmung kleiner Vanadiumgehalte 147. — Bestimmung von Uranylionen mit Natriumazid 151
Feldman, J. A., siehe Higuchi, T.
Fernlund, U., und Zechner, S. Reagens zur Bestimmung von Phosphor 54
Ferrett, D. J., Milner, G. W. C., Shalgosky, H. I., und Slee, L. J. Empfindlichkeit und Leistungsfähigkeit dreier neuer Polarographen 290
Field, F. H., und Hastings, S. H. Quantitative Bestimmung ungesättigter Bestandteil in Erdölnaphthas 42
Filippova, N. A., und Dubrovskaja, T. F. Bestimmung von Blei und seinen Verbindungen in aktiven Massen von Bleiakkumulatoren 50
Finkel'štejn, D. N. Bildung und Bestimmung der Wolfram-Rhodanid-Komplexverbindung 151
Fischer, K., und Gruenert, O. Nachweis von Benzoesäure 454
Fischer, R. B., siehe Kramer, K. W.
Fischer, W., siehe Biltz, H.
Fischer, W. M., und Schmidt, A. Bestimmung von Methanol neben Aldehyden 308
Fischler, F., siehe Souci, S. W.
Fisher, D. J., und Thomason, P. F. Polarographische Schnellbestimmung von Uran 153. — Siehe auch Kelley, M. T.
Flaschka, H., und Abdine, H. Verwendung von Kupfer-PAN-Komplex in der Chelatometrie 357
Flaschka, H., und Barakat, M. F. Über die Verwendung komplexchemischer Verdrängungsreaktionen bei polarographischen Analysen II. Die amperometrische Titration von Thorium 321 [Or]
Flaschka, H., und Huditz, F. Bestimmung von Chlorid 389
Flaschka, H., und Khalafallah, S. Zur Theorie der visuellen Endpunktsbestimmung bei komplexometrischen Titrationen 401 [Or]
Flaschka, H., Khalafalla, S., und Sadek, F. Über die Verwendung komplexchemischer Verdrängungsreaktionen bei polarographischen Analysen I. Theorie und Bestimmung von Thorium in reinen Lösungen 169 [Or]. — Polarographische Bestimmung von Thorium 321
Flaschka, H., und Sadek, F. Die Titerkonstanz stark verdünnter Äthylendiamintetraacetat-Maßlösungen 23 [Or]. — Bestimmung von Ammonium, Kalium, Rubidium und Caesium nach Fällung als Tetraphenyloborate 433. — Siehe auch Anderegg, G.
Fletcher, A. N., siehe Pierson, R. H.
Fletcher, M. H., und Milkey, R. G. Spektralphotometrische Bestimmung von Thorium 143
Fletcher, R. D., siehe Dykes, F. W.
Flick, D. E., siehe St. John, C. V.
Fogelson, E. I. Bestimmung von Silicium in Eisenmetallen 460
Fogg, D. N., und Wilkinson, N. T. Bestimmung von Selen in Abwässern 380
Folin, O., und Denis, W. Reagens auf Phenole 315
Fondarai, J., siehe Dubouloz, P.
Franke, B. Bestimmung von freiem Kalk in Calciumsilicaten 64
Franke, W. Eisen-Weinsäure-Komplex als Lösungsmittel für Cellulose 209
Franzke, C., und Ittrich, G. Bestimmung von Tetra- und Hexabromstearinsäure 310
Franzke, C., und Iwainsky, H. Nachweis und Bestimmung von

Oxymethylfurfurol in Honig und Kunsthonig 451
Fresenius, W., und Jander, G. Handbuch der analytischen Chemie. 2. Teil. Qualitative Nachweisverfahren. 112 [L]. — Handbuch der analytischen Chemie. 3. Teil. Quantitative Bestimmungs- und Trennungsmethoden 112 [L]
Fritz, J. S., und Lisicki, N. M. Titrationen mit Natriummethylatlösungen 229
Fromageot, C., siehe XIV. Internat. Kongreß f. Reine u. Angew. Chemie 115 [L]
Frommhagen, L. H. Spektrophotometrische Identifizierung von Monosacchariden 314
Fuchs, W., und Quadt, W. Coulometrische Zelle 54
Fuchs, W., und Veiser, O. Coulometrische Bestimmung von Silicium und Phosphor in Eisen und Stahl 54
Fudge, A. J., und Woodhead, J. L. Chemische Eigenschaften von Protactinium 44
Fujimoto, M. Mikronachweis von Nitrit 443. — Bestimmung geringer Mengen von Sulfid 446
Fukasawa, T., und Hirano, S. Schnellbestimmung von Vanadium in Stahl und Eisenlegierungen 57
Furman, N. H., siehe Jander, G. Neuere maßanalytische Methoden 354 [L], sowie Taylor, R. P.

Gage, J. C., siehe Daniel, J. W.
Gaitonde, P. Y., und Airan, J. W. Verbesserung der zweidimensionalen Ringpapierchromatographie 34
Gajlis, Je. Ja., siehe Gorjušina, V. G.
Gallo, U., und Mecarelli, E. Titrationen pharmazeutischer Produkte in Eisessiglösung 213
Ganguli, N. C. Rundfilterelektrophorese von Serumproteinen 395. — Papierelektrophoretische Bestimmung von Aminosäuren 396
Gantz, E. St. Clair, siehe Pierson, R. H.
Gardell, S., Heljkenskjold, F., und Rochnovlund, A. Identifizierung von Hexosaminen mit Ninhydrin 240
Garner, E. F., siehe Briggs, D. R.
Garnett, J. L., siehe Anderson, J. R. A.
Gaspar y Arnal, T., und Vega Bragado, J. Titration von Kalium und Ammonium nach Fällung 433
Gasparič, J., siehe Večeřa, M.
Gebelein und Heite, Berechnung der Streuung von Zuckerbestimmungsmethoden im Blut 391
Geiger, E., Courtney, G. G., und Schnakenberg, G. Nachweis der Zersetzung von Fischfleisch 373
Geilmann, W., und Neeb, R. Die Abtrennung geringster Mengen von Osmium und Ruthenium durch Destillation. Beiträge zur analytischen Chemie der Platinmetalle V 411 [Or]. — Trennung von Osmium und Ruthenium durch Extraktion der Diphenylthioharnstoff- und der Tetraphenylarsoniumverbindungen. Beiträge zur analytischen Chemie der Platinmetalle VI 420 [Or]
Geld, I., siehe La Rosa, C. N.
Gellermann, J. L., und Schlenk, H. Quantitative Papierchromatographie von Lipoiden 392
Genereaux, B. D., siehe Grabar, P.
Gentry, C. H. R., und Sherrington, L. G. Bestimmung von Silicium in Stahl 55. — Siehe auch Andrew, T. R.
Gibalo, I. M., siehe Alimarin, I. P.
Gibbons, D., siehe Belcher, R.
Gibson jr., J. A., siehe Hall, J. L.
Gierst, L., siehe Corbusier, P.
Gilfillan, J. H., siehe Strouts, C. R. N.
Gilreath, E. S. Qualitative Analysis Using Semimicro Methods 284 [L]
Ging, N. S. Bestimmung von Orthophosphationen neben Phosphorsäureestern und störenden anderen Ionen 145
Giovanniello, T. J., siehe Peters, T.
Girard, A., und Sandulesco, G. Trennung von Harn-Ketosteroiden 240
Gireesan, S., siehe Viswanathan, A.
Gladkova, A. V., siehe Pen'kova, Je. F.
Gladyšev, V. P., und Tolstikov, G. A. Colorimetrische Bestimmung von Thallium 440
Gleiche, G. Potentiometrische p_H-Messung in stark alkalischen Lösungen mit einer Hochalkali-Glaselektrode 361
Glusman, L. D., und Zin, R. M. Bestimmung von Chloriden und Rhodaniden in Steinkohlenteer 69
Gmelin. Handbuch der anorganischen Chemie. 8. Aufl., System-Nummer 32. Zink Ergänzungsband XXXVI 131 [L]

Gnauer, H., siehe Woidich, K.
Goa, J. Papierzonenelektrophorese von Eiweiß, photometrische Eiweißbestimmung, Bestimmung eiweißgebundener Hexose und Bestimmung von Mucoprotein 397
Gochštejn, Ja. P. Bestimmung von Niob in Gegenwart von größeren Mengen Titan 445
Goddu, R. F., und Hume, D. N. Apparatur zur spektrophotometrischen Bestimmung von Barium 296
Goehring, M. Einleitung in die chemische Analyse 114 [L]
Goldberg, E. D., siehe Lewis jr., G. J.
Goldinov, A. L., und Roginskaja, B. S. Bestimmung von Calcium in Natriumchloridlösung 66
Goldstein, L., Richterich-van Baerle, R., und Dearborn, E. H. Harnsammeln zur Bestimmung von Ammoniak 389
Golubcova, R. B., siehe Kuznecov, V. I.
Gorbačev, S. V., und Starostenko, E. P. Einfluß der Temperatur auf die Elektrolyse 38
Gorbach, G., und Vaupotitsch, W. Mikrochemische Bestimmung von Weinsäure in Wein 364
Gordon, L., siehe Cohen, A. I.
Gore, H. C., siehe Józsa, S.
Gorjušina, V. G., und Gajlis, Je. Ja. Bestimmung von Silber durch Extraktion 296
Gorjušina, V. G., und Vladimirova, V. M. Analytische Chemie des Zirkoniums 443
Gorman, J. G., Jones, E. J., und Hipple, J. A. Massenspektrometrische Analyse 42
Gorsuch, T. T. Halbmikrobestimmung von Schwefel in Cystin und Methionin 311
Gosh, A. K., und Roy, K. L. Bestimmung von Magnesium und Calcium in Dolomit und Kalkstein 63
Gottlieb, A., und Hecht, F. Colorimetrische Bestimmung von Mangan 61
Gottlieb, O. R. Apparatur für gasometrische Titrationen 45
Gottschalk, A. Papierchromatographische Trennung einzelner Zucker 240
Gottschalk, A., und Ada, G. L. Trennung und Bestimmung von Zuckerkomponenten von Mucoproteinen 239
Gowda, H. S., siehe Rao, K. Bhaskara.
Grabar, P., Nowinski, W. W., und Genereaux, B. D. Elektrophoretische Untersuchung von Proteinen 395
Gräf, W., und Kimbel, K. H. Fibrinogenbestimmung durch Invertseifentitration 398
Graf, P., siehe Buser, W.
Graham, R. P., siehe Larrabee, G. B.
Gran, G. Titration von Phenylquecksilberacetat 75. — Apparatur zur Methoxylbestimmung 159
Grande, J. A., und Beukenkamp, J. Chromatographische Trennung von Phosphaten an Harzaustauschern 300
Granick, S., siehe Mauzerall, D.
Grassmann, W., Hörmann, H., und Hartl, A. Chromatographie von Phenolen an Polyamiden 315
Grat-Cabanac, M. Turbidimetrische Bestimmung von Barium 137
Graue, G., siehe Oelsen, W.
Green, L. W., siehe Howland, F. O.
Greene, S. A., Moberg, M. L., und Wilson, E. M. Trennung von Gasen durch Gasadsorptionschromatographie 119
Gregory, J. B., und Matsuyama, G. Polarographische Bestimmung von elementarem Schwefel in verflüssigten Petroleumgasen 207
Grigorev, N. N., siehe Stoljarov, K. P.
Grinkevič, N. I., siehe Sjavcillo, S. V.
Grubhofer, N., und Lwowski, W. Photoelektrischer Fraktionssammler für die Säulenchromatographie 118
Gruenert, O., siehe Fischer, K.
Grütter, W. F., siehe Buser, W.
Grüttner, B., und Zschaage, W., siehe Fresenius-Jander: Handbuch der analytischen Chemie. 2. Teil. 112 [L]
Gruntová, Z., und Dušinský, G. Bestimmung von Schwefel in pharmazeutischen Präparaten 215. — Siehe auch Dušinský, G.
Grunwald, E. Konduktometrische und photometrische Titrationen 38
Grunze, H., und Thilo, E. Papierchromatographische Trennung von Phosphaten 81. — Siehe auch Thilo, E.
Gstirner, F., Bopp, A., und Hopmann, H. Agglutinationsmethode zur Bestimmung von Gerbstoffen 216

Guha Sircar, S. S., siehe Misra, R. N., sowie Swain, R. C.
Guignard, L. Pikrinsäure-Natriumcarbonatreagens auf blausäurehaltige Heteroside 233
McGuire, T. A., siehe van Etten, C. H.
Gurejeva, L. I., siehe Usatenko, Ju. I.
Gurinovič, M. A., siehe Despiller, A. D.
Gurvič, A. M. Chromatographisches Verfahren zur Trennung von Nickel und Kobalt mit Dimethylglyoxim 308
Guter, G. A., und Hammond, G. S. Trennung des Lithiums von Kalium und Natrium 432

Haase, N. C., siehe Oelsen, W.
Hadorn, H. Bestimmung von Wasser in Honig 365. — Siehe auch Suter, H.
Hadorn, H., und Biefer, K. W. Nachweis von Rapsöl in Speiseöl 370
Hadorn, H., und Jungkunz, R. Lecithinrückgang bei Untersuchung von Mayonnaisen 372
Hadorn, H., und Suter, H. Analysen und Beurteilung von Diätsalz 318
Hämmerling, J., siehe Thilo, E.
Häussler, A. Mikrocolorimetrische Bestimmung von Lokalanaestheticis mit freier Aminogruppe 217
Häussler, A., und Ther, L. Bestimmung von Hostacain 217
Hagino, Y, siehe Hashizume, G.
Hahn, F. L. Bestimmung von Jod und Chlor im Vioform 228
Hahn, H., siehe Fresenius-Jander: Handbuch der analytischen Chemie. 2. Teil. 112 [L]
Hall, J. L., Gibson jr., J. A., Wilkinson, P. R., und Phillips, H. O. Konduktometrische Titrationen in der Chelatometrie 290
van Hall, N. H., siehe Benne, E. J.
Hammond, G. S., siehe Guter, G. A.
Hara, R., und West, Ph. W. Beispiele für Hochfrequenztitrationen mit Oscillometern 122
Haraldsen, H., siehe Fresenius-Jander: Handbuch der analytischen Chemie. 2. Teil. 112 [L]
Haralden, H., und Olsen, S., siehe Fresenius-Jander: Handbuch der analytischen Chemie. 2. Teil. 112 [L]
Hardy, C. J., siehe Pollard, F. H.
Harris, D. C., siehe Kay, R. E.
Harris, P., und Lindley, F. W. Umgehung der Acetylierung des Papiers in der Chromatographie 35
Harrop, D., und Herrington, E. F. G. Farbreagens für Kationen 127
Hartl, A., siehe Grassmann, W.
Hartmann, H., siehe Fresenius-Jander: Handbuch der analytischen Chemie. 2. Teil 112 [L]
Hartmann, H., und Hoffmann, A., siehe Fresenius-Jander: Handbuch der analytischen Chemie. 2. Teil 112 [L]
Hashitani, H., siehe Motojima, K.
Hashizume, G., und Hagino, Y. Zusammensetzung von Mischungen verschiedener Weißpigmente 388
Hastings, S. H., Johnson, B. H., und Lumpkin, H. E. Bestimmung aromatischer Bestandteile im Gasöl 42. — Siehe auch Field, F. H.
Hauser, C. R., und Adams, J. T. Darstellung von Dipivaloylmethan 432
Havíř, J., siehe Vřeštál, J.
Hayes, E. R., siehe Belt, W. D.
Hazel, J. F., siehe Henry, M. C.
Heald, P. J. Analyse radioaktiver Phosphate in Gehirnextrakten 237
Hecht, F., siehe Gottlieb, A.
Hecker, E. Verteilungsverfahren im Laboratorium 353 [L]
Heermann-Agster. Färberei- und textilchemische Untersuchungen. Anleitung zur chemischen und koloristischen Untersuchung und Bewertung der Rohstoffe, Hilfsmittel und Erzeugnisse der Textilveredlungsindustrie 200 [L]
Heilbronn, E. Mikrobestimmung von Thiocholinestern 160
Heimann, W., siehe Beythien-Heimann: Einführung i. d. Lebensmittelchemie 317 [L]
Heite, siehe Gebelein
Helferich, B., und Lutzmann, H. Herstellung von Salicylsäure-β-glucosid 79
Heljkenskjold, F., siehe Gardell, S.
Hellhammer, D., siehe Högl, O.
Henley, K. S., und Pollard, H. M. Bestimmung von Glutaminsäure-Oxalessigsäure- und Glutaminsäure-Brenztraubensäure-Transaminase im Plasma 79
Henry, M. C., Hazel, J. F., und McNabb, W. M. Konduktometrische Titrationen organischer Basen mit Bortribromid 121
Henry, R. W., siehe Leonard jr., G. W.
Hermann, R. Handbuch der landwirtschaftlichen Versuchs- und Untersuchungsmethodik 199 [L]

Hermon, S. E., siehe Mills, E. C.
Herr, W., siehe Fresenius-Jander: Handbuch der analytischen Chemie. 3. Teil 112 [L]
Herrington, E. F. G., siehe Harrop, D.
Herzinger, R., siehe Springer, R.
Hess, M. Anstrichmängel und Anstrichschäden. Ihre Ursachen und Verhütung 376 [L]
Hesseltine, H. K. Bestimmung von Tetrachlorkohlenstoff und Äthylendichlorid in der Luft 378
Hestrin, S. Bestimmung von Cholinestern 160
Hetman, J. S. Coulometrische Titration von Mangan, Chrom und Vanadium 305
Hewitt, L. F. Bestimmung von Gesamtzucker mit der Orcinprobe 240
Hibbard, R. R., siehe McKeown, A. B.
Higgs, D. G., siehe Bush, G. H.
Higuchi, T., Feldman, J. A., und Rehm, C. R. Säure-Base-Indicatoren bei Titrationen in wasserfreier Essigsäure 293
Hikime, S., siehe Uzumasa, Y.
Hill, Ch. H., Tai, H., Underwood, A. L., und Day jr., R. A. Titration von Oxinaten in Eisessiglösung 361
Hill, R. Bestimmung von 4-Chlor-2-methyl-phenoxyessigsäure 76
Hill, R., und Jones, A. G. Bestimmung von 4-Chlor-2-methyl-phenoxyessigsäure 76
Hill, U. T. Bestimmung von Aluminium in Eisenerzen 463
Hillig, F. Nachweis von flüchtigen Fettsäuren, Bernsteinsäure und Histamin 373
Hillig, F., Patterson, W. I., und McLean, M. Bestimmung von Bernsteinsäure und flüchtigen Säuren 374
Hine, Ch. H., siehe Plaa, G. L.
Hinman, R. L. Trennung von Alkyl- und Acyl-Hydrazinen 157
Hipple, J. A., siehe Gorman, J. G.
Hirano, S., und Suzuki, M. Bestimmung von Quecksilber mit Säure-Base-Indicatoren 138. — Siehe auch Fukasawa, T.
Hirsch, A., und Cattaneo, C. Fibrinogenbestimmung im Blutplasma 399
Hniličková, M., siehe Sommer, L.
Hobbs, M. E., siehe Buyske, D. A.
Hobbs, R. B., siehe O'Leary, M. J.
Högl, O., und Hellhammer, D. Nachweis von Thioglykolsäure und Thiomilchsäure in Kaltdauerwellpräparaten 77
Hoek, H., und Sailer, E., siehe Schweizer. Chemiker-Verb.: Ionenaustauscher im Laboratorium und in der Industrie 29 [L]
Hörmann, H., siehe Grassmann, W.
Hoffman, J. I., siehe Lundell, G. E. F.
Hoffman, W. A., und Brandt, W. W. Fällung von Bleichromat aus homogener Lösung 142
Hoffmann, A., siehe Hartmann, H.
Hofmann, R., siehe Bräuniger, H.
Hofstee, B. H. J. Bestimmung von β-Glucosidase 79
Hohnerjäger-Sohm, M., und Kaiser, He. Analysendaten 347
Holaday, D. A., und Verovsky, M. Mikromaßanalytische Bestimmung von Atmungsgasen im Plasma und Blut 389
Holler, A. C. Tris-hydroxymethyl-aminomethan zur Titration von Schwefelsäure 130
Holmes, F., und Crimmin, W. R. C. Empfindlichkeit der Reaktionen zwischen Metallionen und Pyridin- und Chinolin-Carbonsäuren 359
Holmes, F., Reed, K. G., und Crimmin, W. R. C. Einfluß von Puffersalzen auf die Empfindlichkeit von Metallreaktionen 359
Hopkinson, G., siehe Davies, I.
Hopmann, H., siehe Gstirner, F.
Horák, J., siehe Okáč, A.
Horsch, W. Bestimmung von Cyclobarbital und Cyclobarbitalcalcium 218. — Siehe auch Boehm, T.
Horstman, E. L. Bestimmung von Lithium, Rubidium und Caesium in Gesteinen 461
Horstmann, D., und Malissa, H. Isolierung intermetallischer Eisen-Zinkverbindungen und Löslichkeit einiger Metalle in diesen Verbindungen 203
Horton, A. D., und Thomason, P. F. Bestimmung von Aluminium mit Aluminon 139
House, M. A. Bestimmung von Lactose in konzentrierten Molkeprodukten 371
Hovorka, V., siehe Martínek, J.
Howland, F. O., Warren, A. T., und Green, L. W. Wertbestimmung von Digitalisdrogen 226
Hubata, R. Säure-Indicator-Test 451
Huditz, F., siehe Flaschka, H.

Hückel, W. Theoretische Grundlagen der organischen Chemie 155 [L]
Huka, M., siehe Patrovský, V.
Hume, D. N. Abtrennung von Ruthenium aus radioaktivem Staub durch Destillation 44. — Siehe auch Goddu, R. F. sowie Marple, T. L.
Hurth, F., siehe Silvestre, J.
Hutschenreuter, R. Bestimmung von Konservierungsmitteln in fischindustriellen Erzeugnissen 454
Hutschneker, K., siehe Deuel, H.

Ieviņš, A., und Straumanis, M. E., siehe Fresenius-Jander: Handbuch der analytischen Chemie. 2. Teil 112 [L]
Iida, T. Vorrichtungen zur Vermeidung von Siedeverzügen 363
Ikeda, N., siehe Kimura, K.
Ikeda, R. M., Kepner, R. E., und Webb, A. D. Analyse von Gemischen von optisch aktivem Amylalkohol und inaktivem Isoamylalkohol 156
Ikegami, T., Suematsu, K., Kammori, O., und Mukaewaki, K. Bestimmung von Zinn in Eisen, Stahl und Erzen 56
Ingold, C. K., siehe XIV. Internat. Kongreß f. Reine u. Angew. Chem. 115 [L]
Ingraham, L. L. Bestimmung der Polyphenol-Oxydaseaktivität 80
McIntyre, R. T., siehe McIntyre, R. T. (unter M.)
Irwin, M., und Leaver, A. G. Papierchromatographische Bestimmung von Monosacchariden 313
Irwin, W. H., siehe King, A. E.
Ishibashi, M., und Matsumoto, T. Bestimmung von Metallen in Form der Oxalate 126
Ishibashi, M., Shigematsu, T., Yamamoto, Y., Tabushi, M., und Kitagawa, T. Absorption des Eisensulfatokomplexes und Verwendung zur Eisenbestimmung 154. — Absorptionsspektren wäßriger Eisen(III)-perchloratlösungen 154
Issa, I. M., und Issa, R. M. Maßanalytische Bestimmung von Phosphit, Arsenit, Antimonit, Sulfit und Thiosulfat mit alkalischer Permanganatlösung 300
Issa, I. M., Khalafalla, S. E., und Issa, R. M. Permanganatreduktion an der Hg-Tropfelektrode 305
Issa, I. M., und el Sherif, I. M. Uran(IV)-lösung als Maßflüssigkeit 124. — Mikrotitration von Antimon 302. — Potentiometrische Titration von Dichromat, Permanganat, Bromat und Tellurat 124. — Siehe auch Amin, A. M.
Issa, R. M., siehe Amin, A. M., sowie Issa, I. M.
Ittrich, G., siehe Franzke, C.
Iwainsky, H., siehe Franzke, C.
Iwasaki, M., siehe Momose, T.

Jacimirskij, K. B., und Astaševa, A. A. Titration von Quecksilber und Cadmium mit Thioharnstofflösung 138
Jackson, C., siehe Badin, J.
Jacobs, S. Verbesserte Aminosäurebestimmung mit Ninhydrin 311
Jagan Mohan, P., siehe Rao, G. Gopala
Jahr, K. F., siehe Jander, G.
Jakimec, Je. M., siehe Stjunkel, T. B.
Jakovlev, P. Ja., siehe Penkova, E. F.
Jakubovič, A., und Procházka, Ž. Bestimmung kleiner Mengen von elementarem Schwefel 446
Jámbor, B. Bestimmung von Hydroxylamin 211
Jámbor, B., und Kiss, J. Mikrobestimmung von Hydroxylamin in Pflanzenstoffen 211
Jambrich, M., Pikler, A., und Klokner, G. Apparatur zur automatischen Kontrolle des Schwefelkohlenstoffgehaltes von Luft 377
James, A. T. Gaschromatographische Analyse 119, 316
James, A. T., und Martin, A. J. P. Gaschromatographische Analyse 119, 391
James, A. T., und Wheatley, V. R. Bestimmung der Fettsäurekomponenten im Hauttalg 391
Jamet, A. Heizschrank 363
Jander, G., Neuere maßanalytische Methoden 353 [L]. — Siehe auch Fresenius, W.
Jander, G., und Jahr, K. F. Maßanalyse. Theorie und Praxis der klassischen und der elektrochemischen Titrierverfahren 354 [L]
Jander, J., und Schöne, H. H., siehe Fresenius-Jander: Handbuch der analytischen Chemie. 2. Teil 112 [L]
Jankovits, L. Maßanalytische Bestimmung von Eisen(III) mit Tripolyphosphatlösungen 306

Jantzsch, G., siehe Fresenius-Jander: Handbuch der analytischen Chemie. 2. Teil 112 [L]
Jarabin, Z., und Csiszár, B. Nachweis geringer Mengen von Vanadium(V) mit Guajacol 303
Jayme, G., und Bergmann, W. Lösungsmittel für Cellulose auf der Basis Eisen-Weinsäure-Alkalihydroxyd 209
Jayme, G., und Verburg, W. Eisen-Weinsäure-Alkalihydroxyd, Lösungsmittel für Cellulose 209
Jeanes, A., Wise, C. S., und Dimler, R. J. Trennung von Neomycin B und C 235
Jegorov, Ju. P., und Petrov, A. A. Bestimmung des Verzweigungsgrades von Paraffinkohlenwasserstoffen 155
Jencks, W. P., Jetton, M. R., und Durrum, E. L. Quantitative Papierelektrophorese von Serumproteinen 121, 394
Jensen, K. B. Technik der Extraktion von Drogen zur Trennung der Glykoside 225. — Trennung der Glykoside aus Extrakten von Blättern von Digitalis purpurea 225
Jentzsch, K. Wertbestimmung von Strychnosdrogen 232
Jerschkewitz, H.-G., und Rienäcker, G., siehe Jander, G. Neuere maßanalytische Methoden 354 [L]. — Siehe auch Rienäcker, G.
Jetton, M. R., siehe Jencks, W. P.
Johannesson, J. K. Bestimmung von Mikromengen freiem Jod in wäßriger Lösung 448
Johansson, A. Wasserbestimmung nach Karl Fischer 126
St. John, C. V., Flick, D. E., und Tepe, J. B. Trennung der Neomycine durch Ionenaustauscher 235
Johnson, B. H., siehe Hastings, S. H.
Johnson, E. A., und Newman, E. J. Schnellbestimmung von Nickel in Kupfersalzen 67
Johnson, W. C., und Simmons, M. Bestimmung von Nickel mit Nioxim 67
Jones, A. G., siehe Hill, R.
Jones, E. J., siehe Gorman, J. G.
Jones, L. R., und Riddick, J. A. Bestimmung von Nitroparaffinen durch Chlorierung 157. — Bestimmung von Nitromethan neben anderen Nitroparaffinen 157
Jones, R. W., Dimler, R. J., und Wise, C. S. Entfernung der Kieselsäure und anorganischer Ionen aus Lösungen von Isomaltose und Isomaltotriose 320
Jorio, M. A., siehe Marini-Bettolo, G. B.
Joshi, G. V., siehe Bharucha, F. R.
Joshi, M. K. Fällung und Zusammensetzung von Uranylselenit 152
Józsa, S., und Gore, H. C. Bestimmung von α-Amylase in Getreide und Mahlprodukten 368
Judel, G. K., siehe Scharrer, K.
Judelevič, I. G., und Levitina, A. L. Spektralanalyse von Schlacken, Agglomeraten und Bleischmelzen 65
Juliard, A. L., siehe Work, P. L.
Juneau, J., siehe Templeman, B. M.
Jungkunz, R., siehe Hadorn, H.
Jurd, L. Spektrophotometrischer Nachweis von o-Dihydroxylgruppen in Flavonverbindungen 315
Jureček, M., Večeřa, M., u. Mitarb. Identifizierung von Dialkylsulfiden 308. — Siehe auch Večeřa, M.

Kabil, A., siehe Prey, V.
Käärik, K. Extraktion von Uran zur Bestimmung in Mineralien 63
Kaiser, He. Auswertung von Analysendaten 347. — Siehe auch Hohnerjäger-Sohm, M.
Kaiser, R. Analytik der Schmierfette, Seifen und ähnlicher Produkte 71. — Siehe auch Presting, W.
Kakáč, B., und Roubal, Z. Bestimmung des Antisepticums Wismut-7-Jod-8-oxychinolin-5-sulfonat 227. — Siehe auch Šmíd, M.
Kakita, Y. Bestimmung von Arsen 62
Kalinsky, J. L., siehe La Rosa, O. N.
Kalitejevskij, N. I., siehe Zajdel', A. N.
Kameyama, T., Kondo, Y., und Tamiya, N. Vergleich der manometrischen Bestimmung von Hydrogenase mit der Deuteriumaustauschmethode 78
Kammori, O., siehe Ikegami, T.
Kanroji, Y., siehe Mashiko, Y.
Kantro, D. L., siehe Pressler, E. E.
Kapitańczyk, K., Kurzawa, Z., und Miedziński, M. Bestimmung von Aluminiumoxyd in Aluminiummetall 47
Karanovič, G. G. Beryllon II als Reagens auf Beryllium 133
Karlík, M., siehe Vydra, F.
Karnickij, V. A. Einfluß der Temperatur auf die Geschwindigkeit der Elektroanalyse 38

Kasjanenko, S. I. Photonephelometrische Bestimmung von Sublimat 139
Katz, M., siehe Shore, V. C.
Kaufmann, H. P., und Neu, R. Bestimmung von Glycerin 73
Kaufmann, H. P., und Thieme, J. G. Nachweis der Raffination von Schweineschmalz mit Hilfe des Anilinpunktes 369
Kaufmann, H. P., Thieme, J. G., und Volbert, F. Nachweis von raffiniertem Schmalz 369
Kay, R. E., Harris, D. C., und Entenman, C. Auswertung der Ninhydrinfarbreaktion in der Papierchromatographie 286
Kegeles, G. Elektrophoretische Analyse von Serumproben 396
Kelley, M. T., und Fisher, D. J. Siebkreis zur Vermeidung von Stromschwankungen an Quecksilbertropfelektroden 39
Kelley, M. T., und Miller, H. Registrierpolarograph zur Polarographie sehr stark verdünnter Lösungen 40. — Siehe auch Lee jr., J. E.
Kellie, A. E., siehe Edwards, R. W. H.
Kennedy, J. H., siehe Lingane, J. J.
Kenny, F., und Kurtz, R. B. Titration von Blei mit Siloxen als Indicator 50
McKeown, A. B., siehe McKeown, A. B. (unter M)
Kepner, R. E., siehe Ikeda, R. M.
Keppler, J. G., Schols, J. A., und Dijkstra, G. Gerät zur gaschromatographischen Trennung hochsiedender Mischungen 36. — Siehe auch Dijkstra, G.
Kern, W., siehe Schulz, R. C.
Kertes, S. Farbreaktion von Pyridin 68. — Siehe auch Lederer, M.
Kertes, S., und Kertes, V. Bestimmung von Pyridin in vergälltem Alkohol 68
Kertes, V., siehe Kertes, S.
Kéthelyi, J., siehe Schulek, E.
Khalafalla, S. E., siehe Issa, I. M.
Khalafallah, S., siehe Flaschka, H.
Khalifa, H., siehe Tomic, E.
Khym, J. X., siehe Tompkins, E. R.
Kienbaum, F., siehe Stegemann, K.
Kikindal, T. Oxydation von Jod mit Salpetersäure 127
Kimbel, K. H., und Amon, M. Fibrinogenbestimmung 399. — Siehe auch Gräf, W.
Kimura, K., Ikeda, N., und Yoshihara, K. Nachweis von ^{103m}Rhodium in „Bikini-Asche" 44
King, A. E., Roschen, H. L., und Irwin, W. H. Bestimmung von Fettperoxyden 158
King-Cox, J. T., siehe Curry, D. R.
Kingsley, G. R. Bestimmung von Albumin in Plasma 394
Király, D., siehe Szabó, Z.
Kirsten, W. Lösungsmittel zur Bestimmung von Methoxyl- und Alkoxylgruppen 160
Kiseleva, N. A., Megorskaja, I. B., und Rozova, M. I. Bestimmung kleiner Kupfermengen mit Hilfe des radioaktiven Isotops ^{131}J 434
Kiss, J., siehe Jámbor, B.
Kitagawa, T., siehe Ishibashi, M.
Klatskin, G., Reinmuth, O. M., und Barnes, W. Densitometrische Untersuchung von Papierelektropherogrammen in der Serumanalyse 121
Klauck, A., siehe Eisenbrand, J.
Klaus, H., siehe Jander, G.: Neuere maßanalytische Methoden 354 [L]
Klejner, K. E., siehe Babko, A. K.
Klement, R., siehe Sansoni, B.
Klemm, W. Anorganische Chemie 132 [L]. — Siehe auch Biltz, H.
Kliffmüller, R. Papierchromatographischer Nachweis von Süßstoffen und Konservierungsmitteln 454
Klinger, P., und Koch, W. Isolierung von Gefügebestandteilen aus Stahl 203
Klír, L., siehe Malínek, M.
Klokner, G., siehe Jambrich, M.
Klopcova, O. V., siehe Sjavcillo, S. V.
Knöchel, H. Wertbestimmung von Digitoxin-Gitoxin-Gemischen von Digitalisdrogen 226
Kobyljanskaja, T. V., siehe Bobrova, M. I.
Koch, J., und Bretthauer, G. Bestimmung von Milchsäure 318
Koch, W., siehe Eckhard, S., sowie Klinger, P.
Koehler, F. A., und Levier, W. A. Bestimmung von Gesamtfluor in unreinem Kaliumhydrogenfluorid 66
Körbl, J., Přibil, R., und Emr, A. Xylenorange, Indicator in der Chelatometrie 292
Kőszegi, D., und Barcsay, I. Halbmikrobestimmung von Schwefel 311

Kofrányi, E. Colorimetrische Bestimmung von Lysin in Hydrolysaten 312
Koginova, A. M., siehe Maksimyčeva, Z. T.
Kolařík, Z., siehe Sommer, L.
Kolšek, J. Quantitative Ermittlung von Mutterkornalkaloiden auf Papierchromatogrammen 231. — Verbesserung der papierchromatographischen Trennung von Mutterkornalkaloiden 231
Kolthoff, I. M., und Lehmicke, D. J. Polarographische Bestimmung von Phenolphthalein 222
Kolthoff, I. M., und Miller, C. S. Polarographische Bestimmung von Bor 297
Kolthoff, I. M., Sandell, E. B., und Moskovitz, B. Bestimmung von Salpetersäure 59
Komarowsky, A. Bestimmung von Fuselölen in alkoholischen Destillaten 451
Komissarenko, V. S. Bestimmung von Aluminium und Silicium in Eisenerz 63
Kondo, Y., siehe Kameyama, T.
Konopik, N. Fortschritte auf dem Gebiet der amperometrischen Titrationen 41
Kopanica, M., und Doležal, J. Bestimmung von Kobalt mit Cyanoferrat(III)-lösung 307
Korabelnik, R. K. Mikrokristalloskopische Bestimmung von Zinn 298
Kordon, F. Auflösung von wolframhaltigem Stahl zur Analyse 54
Korenman, I. M., und Šejanova, F. R. Funktionelle Gruppe zum Nachweis von Borsäure 439
Korenman, I. M., Šejanova, F. R., Demina, E. A., und Šapošnikova, M. I. Bestimmung von Zink mit Cyanoferrat(II) 437
Korobova, I. A., siehe Tananaev, N. A.
Kotionis, A. Z., siehe Thomis, G. N.
Kotrlý, S., siehe Vřešťál, J.
Kottász, J. Schnellbestimmung des Eidottergehaltes in Emulsionslikören 364
Kováč, J. Bestimmung von O,O-Dimethyl-2,2,2-trichlor-1-hydroxyäthylphosphonat 76
Kramer, K. W., und Fischer, R. B. Elektronisches Coulometer 54
Krantz, S. Analytische Chemie Bd I. Maßanalyse 283 [L]
Krasovitski, B. M., Ostrovskaja, B. I., und Perejaslova, D. G. Analyse von Azofarbstoffen 77
Kreškov, A. P., Sjavcillo, S. V., Šemjatenkova, V. T., und Nešumova, A. M. Nebeneinanderbestimmung von Äthyl- und Butylalkohol in Gemischen mit Toluol und Wasser 156
Kriege, O. H., siehe MacNevin, W. M.
Kröger, C. Grundriß der technischen Chemie, Teil V, Technische Pflanzen- und Tierstoffchemie 200 [L]
Krynauw, G. N., siehe Schilz, W. E.
Krzymański, J. Jodzahl-Bestimmungsmethoden in Samen ölliefernden Pflanzen 368
Kučera, M. Bestimmung der Feuchtigkeit in pflanzlichen Drogen 214
Kühnel Hagen, S., siehe Fresenius-Jander: Handbuch der analytischen Chemie. 2. Teil 112 [L]
Küntzel, A. Gerbereichemisches Taschenbuch 199 [L]
Kunkel, H. G., und Tiselius, A. Papierelektrophoretische Technik 239
Kurata, Ch., siehe Takayama, Y.
Kurtz, R. B., siehe Kenny, F.
Kurzawa, Z., siehe Kapitańczyk, K.
Kuznecov, V. I., und Golubcova, R. B. Colorimetrische Bestimmung von Aluminium in Chrom-, Nickel- und in Magnesiumlegierungen 383
Kuznecov, V. I., und Mjasoedova, G. V. Anwendung organischer Mitfällungsmittel bei der Untersuchung verdünnter Lösungen 125
Kuznecova, A. A., siehe Moračevskij, Ju. V.

Lachiver, M. F. Katalytische Bestimmung von Jod in biologischem Material 390
Lader, S., siehe Roth, M.
McLafferty, J. J., siehe Moore, C. E.
Lafourcade, S., siehe Ribereau-Gayon, J.
Lakshmanan, T. K., und Lieberman, S. Gleichung für die Elutionskonstanten chromatographischer Säulen 118
Lally, M. M., siehe Moore, C. E.
Lambert, J. L., und Rhoads, S. C. Herstellung der Linear-Fraktion von Kartoffelstärke 360
Landis, Q., und Redfern, S. Bestimmung von α-Amylase in Getreide 368
Lang, K., siehe Fresenius-Jander: Handbuch der analytischen Chemie. 3. Teil 112 [L]

Lardera, M. R., Cernia, E., und Mori, A. Bestimmung von Vinylacetat in Copolymerisaten von Vinylchlorid und Vinylacetat 72
La Rosa, C. N., Geld, I., Ticker, A., di Lauro, S. F., und Kalinsky, J. L. Einfluß von Eisen auf die Bestimmung von Zinn in Messing und Bronze 201
Larrabee, G. B., und Graham, R. P. Determination of Thorium in Magnesium Alloys that Contain Zirconium 258 [Or]
Laštovková, M., siehe Vacek, J.
Lastovskij, R. P., Vainštejn, Ju. I., Djatlova, N. M., und Temkina, V. Ja. Neue Komplexone 128
Laufer, V. M., siehe Davankov, A. B.
O'Laughlin, J. W., siehe Banks, Ch. V.
Laurent, J., siehe Dubouloz, P.
di Lauro, S. F., siehe La Rosa, C. N.
Lawrence, H. C., siehe Davis, S. M.
McLean, M., siehe Hillig, F.
O'Leary, M. J., siehe O'Leary, M. J. (unter O)
Leaver, A. G., siehe Irwin, M.
Lecomte, J., siehe Duval, Cl.
Lederer, M. An Introduction to Paper Electrophoresis and Related Methods 353 [L]. — Siehe auch Casinovi, G. C.
Lederer, M., und Kertes, S. Chromatographie auf mit Ionenaustauscher imprägniertem Papier 288
Lederer, M., und Ward, F. L. Papierelektrophoretische Technik 37
Lee jr., J. E., Edgerton, J. H., und Kelley, M. T. Trennung und Bestimmung von Fluoriden in radioaktiven Substanzen 304
Lee, L. A., und Ogg, C. L. Bestimmung von flüchtigen Ölen in Gewürzen 452
Legge, D. I. Polarographische Bestimmung von Uran 303
Lehmicke, D. J., siehe Kolthoff, I. M.
Leminger, O., siehe Vodák, Z.
Leonard jr., G. W., und Henry, R. W. Titration der Tellursäure 149. — Siehe auch Scott, L. W.
Leontovitch, N. Colorimetrische Bestimmung von Antimon in Stählen 56
Letzig, E. Fällungsreaktionen von Quellstoffen 319
Levier, W. A., siehe Koehler, F. A.
Levine, J., siehe Matchett, J. R.
Levitina, A. L., siehe Judelevič, I. G.
Levy, A. L., und Chung, D. Zweidimensionale Papierchromatographie 310
Lewis, D. T. Polarographische Bestimmung von Bor als Orthoborsäure 297
Lewis jr., G. J., und Goldberg, E. D. Bestimmung von Barium, Titan und Zink in Meeressedimenten 65
Lieberman, S., siehe Lakshmanan, T. K.
van Ligten, J. W. L., siehe van Nieuwenburg, C. J.
Lindley, F. W., siehe Harris, P.
Lindner, M. W. Warenkunde und Untersuchung von Kaffee, Kaffee-Ersatz- und -Zusatzstoffen 201 [L]
Lingane, J. J., und Davis, D. G. Bestimmung von Mangan, Cer und Chrom in Aluminium- und Eisenlegierungen oder Cer-Mischmetall 384
Lingane, J. J., und Kennedy, J. H. Polarographische Bestimmung von Titan 143
Lipis, L. V., siehe Zajdel', A. N.
Lips, H. J. Bestimmung von Tocopherol in autoxydierenden Methylestern von Fettsäuren 374
Liquori, A. M., siehe Carelli, V.
Lisicki, N. M., siehe Fritz, J. S.
Ljung, H. A., siehe Dobbins, J. T.
Logan, M. A., siehe Neuman, R. E.
Lowy, S. L., siehe Anderson, J. R. A.
Ludekens, W. L. W., und de Silva, N. R. Bestimmung des Reinheitsgrades von Bariumthiosulfatmonohydrat 295
Luft, B. D., und Šer, Je. S. Bestimmung von Mikromengen an Mineralölen in organischen Lösungsmitteln und an Metallteilen 206
Luke, C. L. Bestimmung von Magnesium in Elektrolytnickel 205. — Photometrische Bestimmung von Zinn in organischem und anorganischem Material 49
Luke, C. L., und Campbell, M. E. Bestimmung von Magnesium in Elektrolytnickel 205. — Bestimmung von Gallium und Indium in Germanium und Germaniumdioxyd 47
Lukin, A. M., und Zavarichina, G. B. Reagentien auf Beryllium 133
Lumpkin, H. E., siehe Hastings, S. H.
Lundell, G. E. F., Hoffman, J. I., und Bright, H. A. Anreicherung von Vanadium 205
Lutzmann, H., siehe Helferich, B.
Lwowski, W., siehe Grubhofer, N.
Lyon, J. P., siehe Schulze, W. A.

McCoy, F. A., siehe Engelbrecht, R. M.
MacDonald, A., und Reed, R. I. Bestimmung von Deuterium in verschiedenen Verbindungen 42
McDuffie, H. F., siehe Watson, G. M.
McGuire, T. A., siehe van Etten, C. H.
McIntyre, R. T., Berg, E. W., und Campbell, D. N. 2-Furoyltrifluoraceton als analytisches Reagens 129
McKeown, A. B., und Hibbard, R. R. Bestimmung von gelöstem Sauerstoff in Kohlenwasserstoffen 207
McLafferty, J. J., siehe Moore, C. E.
McLean, M., siehe Hillig, F.
McNabb, W. M., siehe Henry, M. C.
MacNevin, W. M., und Kriege, O. H. Bestimmung der Reinheit von Bariumthiosulfat-Monohydrat 295
McOmie, J. F. W., siehe Pollard, F. H.
Maennchen, K., siehe Mutschin, A.
Mahr, C., siehe Eckhard, S.
Majumdar, A. K., und Chakrabartty, M. M. Bismuthiol II as an Analytical Reagent. Part VIII. Volumetric Determination of Bismuth and Palladium 103 [Or]
Majumdar, A. K., und Chowdhury, J. B. R. Bestimmung von Titan mit Kupferron 142
Majumdar, A. K., und Singh, B. R. Bismuthiol as an Analytical Reagent. Part IX. Determination of Lead and Silver Volumetrically 265 [Or]
Makrickaja, E. K., siehe Ždanov, A. K.
Maksimyčeva, Z. T., Talipov, Š. T und Koginova, A. M. Fluorbestimmung in Tetrafluoboraten 66
Malínek, M., und Klír, L. Colorimetrische Bestimmung von Cer 297
Malissa, H., siehe Horstmann, D.
Malmstadt, H. V., und Roberts, Ch. B. Titriergerät für spektrophotometrische Titrationen 362. — Bestimmung von Eisen in Titanschwamm, Titanlegierungen oder Titanerzen 381. — Siehe auch Blaedel, W. J.
Mandel'stam, S. L., Semenov, N. N. und Turovceva, Z. M. Verdampfungsmethode zur Bestimmung von Beimengungen im Uran 30
Marichal, M. Trennung der Mono- und Diglucoside von Rotweinen 449
Marini-Bettolo, G. B., und Jorio, M. A. Untersuchung von Alkaloidgemischen auf Cellulosesäulen 233. — Siehe auch Casinovi, G. C.
Markova, L. V., siehe Babko, A. K.
Marner, P. M., siehe Sosnovski, B. A.
Marot, J. Wasserstoffbestimmung in Stahl durch Vakuumextraktion 52. — Bestimmung von Stickstoff in Eisen 203
Marple, T. L., und Hume, D. N. Automatische photometrische Titrationen 122
Martin, A. J. P., siehe James, A. T.
Martin, J. V., siehe Pollard, F. H.
Martin, R. L., siehe Meloche, V. W.
Martínek, J., und Hovorka, V. Colorimetrische Bestimmung von Kobalt 306
Marville, R., siehe Dubouloz, P.
Mashiko, Y., und Kanroji, Y. Flammenphotometrische Bestimmung von Kalium in Mineralwässern 379
Matchett, J. R., und Levine, J. Extraktionsverfahren zur Morphinbestimmung 230
Mathers, A. P., und Schoeneman, R L. Colorimetrische Bestimmung von Fuselölen in alkoholischen Destillaten 451
Matsumoto, T., siehe Ishibashi, M.
Matsuyama, G., siehe Gregory, J. B.
Matthias, W. Papierchromatographische Technik nach dem Keilstreifen-Verfahren 120
Matvejeva, A. N., siehe Bobrova, M. I.
Mauret, P., siehe Remy-Genneté, P.
Maute, R. L., und Owens jr., M. L. Bestimmung des Carbonylgehaltes von Acrylnitril 209
Mauzerall, D., und Granick, S. Bestimmung von δ-Aminolävulinsäure und Porphobilinogen im Harn 392
May, I., und Smith, R. Trennungen Aluminiumphosphatmineralien von Kaolinit 63
Mayaudon, J., siehe Simonart, P.
Mecarelli, E., siehe Gallo, U.
Medicus, L., siehe Goehring, M.
Megorskaja, I. B., siehe Kiseleva, N. A.
Mehl, J. W., siehe Winzler, R. J.
Meites, L. Polarographic Techniques 114 [L]
Mele, A., siehe Carelli, V.
Meloche, V. W., und Martin, R. L. Spektrophotometrische Bestimmung von Rhenium 447
Menis, O., siehe Susano, C. D.
Meulenhoff, J., und van Sonsbeek, J. J. M. Bestimmung von Dimenhydrinat 228

Meunier, F., und Demarez, A. Vakuumextraktion zur Bestimmung von Gasen im Stahl 52
Meunier, P. Ausschütteln von Eisen bei der Aluminiumbestimmung 52
Meyer, B., siehe Scheffer, F.
Meyer, R. J., und Rulfs, Ch. L. Bestimmung von Rhenium durch Reduktion mit Hydrazin 447
Miedziński, M., siehe Kapitańczyk, K.
Milkey, R. G., siehe Fletcher, M. H.
Miller, C. S., siehe Kolthoff, I. M.
Miller, D. J. Ultraviolettabsorption wäßriger, durch Papierfilter filtrierter Lösungen 115
Miller, H., siehe Kelley, M. T.
Miller, J., Pickering, W. F., und Ward, F. L. Elektrophoretische Wanderung von Komplexionen 37
Miller, J. D., siehe Blackwell, A. T.
Mills, E. C., und Hermon, S. E. Spektrochemische Analyse von Hidurninium mit dem Quarzspektrographen „Hilger Medium" 29
Milner, G. W. C. Übersicht über die Analysenmethoden in der Nichteisenmetallurgie 455. — Siehe auch Bacon, A., sowie Ferrett, D. J.
Misra, R. N., und Guha Sircar, S. S. Verwendbarkeit von Thioglykolsäureaniliden in der anorganischen Analyse 130. — Siehe auch Swain, R. C.
Missimer, J. K., siehe O'Leary, M. J.
Miyada, D. S., und Tappel, A. L. Bestimmung von Hydroxyprolin in Gelatine und Kollagen 208
Mjasoedova, G. V., siehe Kuznecov, V. I.
Moberg, M. L., siehe Greene, S. A.
Mohan, P. Jagan, siehe Rao, G. Gopala
Moll, H., siehe Bauer, K. H.
Momose, T., und Ohkura, Y. Reaktionen von Hydroxytetralonoximen mit Kupfer-, Nickel- und Kobaltionen 130
Momose, T., Ueda, Y., und Iwasaki, M. Kupferronanaloge von Tetralin als analytische Reagentien 129
Monge-Hedde, M. F., siehe Dubouloz, P.
Monnier, D., siehe Wenger, P.-E.
Montgomery, R., siehe Briggs, D. R.
Monty, K. J., Morrison, M., Alling, E., und Stotz, E. Elektrophorese von Kationproteinen auf Filterpapier 239
Moore, C. E., Lally, M. M., Anderson, R. L., Brady, J. L., und McLafferty, J. J. Substituierte Trinitrophenole als Reagentien 160
Moore, V. J. Bestimmung kleiner Mengen Wismut 302. — Abtrennung kleiner Mengen Wismut von kleinen Mengen Blei 303
Moračevskij, Ju. V., Zvereva, M. N., und Kuznecova, A. A. Abtrennung des Phosphations von den Kationen Fe, Al und Ca 301
Morgan, W. T. J., und Elson, L. A. Identifizierung von N-Acetylhexosaminen 240. — Siehe auch Elson, L. A.
Mori, A., siehe Lardera, M. R.
Morris, L. C., siehe Schulze, W. A.
Morrison, J. F., siehe Rosenberg, H.
Morrison, M., siehe Monty, K. J.
Moskovitz, B., siehe Kolthoff, I. M.
Motojima, K. 8-Hydroxychinaldin, Reagens auf Beryllium 134. — Fluorimetrische Bestimmung von Beryllium mit 8-Hydroxychinaldin 135. — 8-Hydroxychinaldin als Reagens auf Titan 299
Motojima, K., und Hashitani, H. Spektrophotometrische Bestimmung von Mikromengen Eisen, Titan und Aluminium 299
Muchina, S. S., und Tichonowa, A. A. Polarographische Bestimmung von Niob und Wolfram in Legierungen 382
Mühlrad, E., siehe Dévay, J.
Mueller, W. A., siehe Durso, D. F.
Mukaewaki, K., siehe Ikegami, T.
Mukerjee, H. G. Electro-Migration on Paper in the Separation of Ions. Part IV 184 [Or]. — Electro-Migration on Paper in the Separation of Ions. Part. V 189 [Or]
Munk, H., siehe Scharrer, K.
Murray, W. J., und Williams, A. F. Trennung von Pyridinbasen durch Dampfphasenchromatographie 316
Murthy, A. R. Vasudeva, siehe Vasudeva Murthy, A. R.
Mutschin, A., und Maennchen, K. Beiträge zur Kenntnis der Ultrarot-Absorptionsspektren verschiedener Phosphorverbindungen. 1. Mitteilung. Alkaliorthophosphate 241 [Or]

McNabb, W. M., siehe Henry, M. C.
Nakano, S. Papierchromatographische Trennung von Uranspaltprodukten 43

Narayan, V. A., siehe Vasudeva Murthy, A. R.
Natelson, S. Bestimmung von Atmungsgasen in biologischen Flüssigkeiten 389
Nazarenko, V. A., und Šustova, M. B. Colorimetrische Bestimmung von Sulfid 149
Neeb, R., siehe Geilmann, W.
Neill, J. M., siehe van Slyke, D. D.
Nelson, R. A., siehe Pro, M. J.
Nesmeyanov, N. A., siehe XIV. Internat. Kongreß f. Reine u. Angew. Chem. 115 [L]
Nešumova, A. M., siehe Kreškov, A P.
Neu, R., siehe Kaufmann, H. P.
Neuman, R. E., und Logan, M. A. Bestimmung von Hydroxyprolin 208
Neuwald, F., und Ülex, G. Bestimmung von Penicillin in pharmazeutischen Zubereitungen 234. — Bestimmung von Penicillin in Salben 233. — Wertbestimmung von Benzathin-Benzylpenicillin und seinen galenischen Zubereitungen 234
MacNevin, W. M., siehe MacNevin, W. M. (unter M.)
Newman, E. J., siehe Johnson, E. A.
van Nieuwenburg, C. J., und van Ligten, J. W. L. Kwalitatieve Chemische Analyse. 4. Aufl., 113 [L]
Nikitina, E. I. Phosphorbestimmung in wolfram-, titan- und niobhaltigen Legierungen 382
Nikitina, L. D. Bestimmung des Phosphatgehaltes von Apatitkonzentraten und Apatit-Nephelinerz 463
Nordling, W. D. Beständige Lösung des Indicators sym.-Diphenylcarbazid 293
Novák, J. V. A. Verwendung von ruhenden Quecksilberelektroden in der Polarographie 40
Novelli, A. Farbreaktion von Chinonen 221
Novikova, T. V., siehe Pen'kova, Je. F.
Novotný, B. Polarographische Bestimmung von Atropin in Mischungen 229
Nowinski, W. W., siehe Grabar, P.

Odeblad, E., und Odeblad, S. Verwendung von ^{210}-Polonium zur Analyse 44
Odeblad, S., siehe Odeblad, E.
Oehme, F. Wasserbestimmung durch dielektrische Messungen mit Hochfrequenz 295
Oelsen, W., Haase, N. C., und Graue, G. Coulometrische Titrationen von S, Mn, Cr, V und Säuren 305
Oerter, A., siehe Bockemüller, W.
Ogg, C. L., siehe Lee, L. A.
Ohkura, Y., siehe Momose, T.
Okáč, A., und Černý, P. Trennung von V, Mo und Ti 445
Okáč, A., und Horák, J. Fluorescenzindicatoren für Neutralisationstitrationen 123
Okáč, A., und Sommer, L. Spektrophotometrische Untersuchung analytisch wichtiger Komplexe des Titans 442. — Spektrophotometrische Bestimmung von Titankomplexen in wäßriger Lösung 442
Okinševič, N. A., siehe Tiličeev, M. D.
Okken, R. Bestimmung von Pentapyrrolidindihydrotartrat 227
O'Laughlin, J. W., siehe Banks, Ch. V.
O'Leary, M. J., Hobbs, R. B., Missimer, J. K., und Erving, J. J. Herstellung von Glasfaserpapier 312
Oloffs, P. C., siehe Scheffer, F.
Olšanova, K. M., und Čmutov, K. V. Chromatographie in der qualitativen Analyse 285. — Nachweis von Arsen, Antimon und Zinn nebeneinander 285
Olsen, S., siehe Haraldsen, H.
McOmie, J. F. N., siehe Pollard, F. H.
Onstott, E. I. Trennung von Lanthaniden an Amalgamelektroden 298. — Trennung von Samarium und Gadolinium sowie die Reinigung von Europium 298
Oosting, M. Hochfrequenztitrimeter 121
Osipov, A. P. Bestimmung von Phosphat in Loparitkonzentraten und Erzen 462
Ostrovskaja, B. I., siehe Krasovitski, B. M.
Owen, L. H., siehe Buyske, D. A.
Owens jr., M. L., siehe Maute, R. L.

Pádr, Z., siehe Šmíd, M.
Paira, A. Lösungsmittel für Cellulose 209
Paleček, E. Polarographie von Eiweißstoffen 398
Palit, S. R. Bestimmung von Salzen schwacher Säuren 314
Palit, S. R., und Singh, U. N. Titration von organischen Basen und von Polyamiden in Glykol-Phenolgemisch 314

Pan, S. C., und Dutcher, J. D. Papierchromatographische Trennung von Neomycin B und C 235
Pankratz, R. E., und Bandelin, F. J. Bestimmung der einzelnen Komponenten in Gemischen von Acetylsalicylsäure, Acetophenetidin und Coffein 220
Pantony, D. A., siehe Blair, A. J.
Pardee, A. B., siehe Shore, V. G.
Parrák, V. Bestimmung von Arecolin, Piperin, Ricin, Brucin und Strychnin 229
Parrish, W., und Engström, A. Chemische Analyse mit Röntgenstrahlen 32. — Siehe auch Engström, A.
Patrovský, V. Chelatometrische Galliumbestimmung 69. — Siehe auch Doležal, J.
Patrovský, V., und Huka, M. Bestimmung einiger Metalle in Silicaten 60
Patterson, W. I., siehe Hillig, F.
Patzak, R., und Doppler, G. Die Bestimmung von Chrom, Eisen und Aluminium mit Äthylendiamintetraacetat bei gleichzeitiger Anwesenheit aller drei Kationen 248 [Or]
Pavelka, P., siehe Tomiček, O.
Pavlenko, L. I., siehe Vainstein, E. Je.
Pearson, A. M., siehe Benne, E. J.
Peirson, D. H. Radiochemische Analyse durch Gammastrahlenspektroskopie 42
Pen'kova, Je. (E.) F., Gladkova, A. V., und Novikova, T. V. Photocolorimetrische Bestimmung von Vanadium und Titan in Stahl 57
Pen'kova, Je. (E.) F., und Jakovlev, P. Ja. Bestimmung von Silicium in wolframhaltigen Legierungen 382
Pepkowitz, L. P., und Shirley, E. L. Bestimmung von Schwefel 311
Peregud, E. A., und Bojkina, B. S. Indirekte Bestimmung von Fluor 304
Perejaslova, D. G., siehe Krasovitski, B. M.
Perkin und Yoshitake. Bestimmung von Gerbstoffen durch Agglutination 216
Pesočinskaja, E. M. Bestimmung von Eisen in Zinksulfid 67
Peters, T., Giovanniello, T. J., Apt, L., Ross, J. F., und Trakas, A. P. Bestimmung von Serumeisen 390. — Bestimmung der serumeisenbindungskapazität 391
Peterson, R. E., Bestimmung von Serumeisen 390
Petrov, A. A., siehe Jegorov, Ju. P.
Petzold, W. Die Cerimetrie und die Anwendung der Ferroine als maßanalytische Redoxyindicatoren 354 [L]
Peynaud, E., siehe Ribereau-Gayon J.
Pfeifer, S. Bestimmung von Morphin in einzelnen Mohnkapseln oder Teilen 230
Pfeil, D., siehe Eisenbrand, J.
Phillips, H. O., siehe Hall, J. L.
Pickering, W. F., siehe Miller, J.
Pickles, E. G., siehe Williams, F. G.
Pierson, R. H., Fletcher, A. N., und Gantz, E. St. Clair. Infrarotabsorptionsspektren verschiedener Gase 116
Pietsch, R. Bestimmung von Nitrat mit Phenarsazinsäure 444
Piez, K. A. p_H-Gradient-Elution chromatographischer Säulen 118
Pikler, A., siehe Jambrich, M.
Pill, A. L., siehe Bagshawe, B.
Plaa, G. L., und Hine, Ch. H. Gleichzeitige Bestimmung von Phenobarbital und Diphenylhydantoin im Blut 392
Platonova, O. P., und Zaiceva, G. M. Bestimmung von Kupfer in Legierungen 380
Pleticha, R. Bestimmung von Bor in Pflanzenasche 212
Ploum, H. Bestimmung von Arsen in antimonfreien Erzen, nichtmetallischen Stoffen und salpetersäurebeständigen Ferrolegierungen 464
Ploum, H., und Schaefer, E. Bestimmung von Arsen in metallischen, säurelöslichen Stoffen 455
Pohl, H. Bestimmung von Thallium in Blei, Zink und Cadmium 49
Pollard, A. G., siehe Yuen, S. H.
Pollard, F. H., McOmie, J. F. W., und Martin, J. V. Papierchromatographische Trennung der Erdalkalien 136
Pollard, F. H., McOmie, J. F. W., Martin, J. V., und Hardy, C. J. Papierchromatographie 288
Pollard, F. H., und Martin, J. V. Spektralphotometrische Bestimmung von Erdalkalien 135
Pollard, H. M., siehe Henley, K. S.
Possidoni-de-Albinati, J. F., und Rodríguez-Pazqués, R. H. Bestimmung von Borspuren in Uran und Graphit 458

Potts jr., W. J., und Wright, N. Infrarotabsorptionsspektroskopie wäßriger Lösungen 117
Prange, G., und Walther, H. Maßanalytische Bestimmung von Coffein in Kaffeeaufgüssen 453
Pratesi, P., siehe XIV. Internat. Kongreß f. Reine u. Angew. Chem. 115 [L]
Pressler, E. E., Brunauer, S., und Kantro, D. L. Bestimmung von freiem Kalk in Portlandzement 64
Presting, W., und Kaiser, R. Erweiterung des Begriffes der Säurezahl 70
Prey, V., und Kabil, A. Papierchromatographische Bestimmung von Nitro- und Halogenverbindungen 309
Přibil, R., und Vicenová, E. Polarographische Bestimmung von Calcium durch Verdrängung 169. — Siehe auch Körbl, J.
Prieto-Bonza, A., siehe Bermejo-Martínez, F.
Pro, M. J., und Nelson, R. A. Bestimmung von Chrom, Kobalt und Mangan in Whisky 450
Procházka, Ž., siehe Jakubovič, A.
Procke, O., siehe Tomiček, O.
Prodinger, W., siehe Svoboda, O.
Puisais, J., siehe Dupuy, P.
Pungor, E., und Rokosinyi, H. E. Mechanismus der Adsorptionsindikation des Metanilgelbs 161 [Or]. — Siehe auch Schulek, E.
Purr, A. Bestimmung von Fremdfett in Kakaoerzeugnissen 453
Purves, D. Bestimmung von Essig- und Buttersäure in Silofutter 213

Qazilbash, N. A. Bestimmung von Santonin 224
Quadt, W. Elektronisches Coulometer 54. — Siehe auch Fuchs, W.

Radzikovskaja, S. V., siehe Babko, A. K.
Rafailoff, R., siehe Bobtelsky, M.
Rao, G. Gopala, und Jagan Mohan, P. Induced Reactions in Cerimetry. Part III. With Iron(II) als Inductor 428 [Or]
Rao, G. Gopala, Jagan Mohan, P. und Sastri, M. N. Induced Reactions in Cerimetry. Part II. With Iron(II) as Inductor 336 [Or]. — Siehe auch Rao, K. Bhaskara, sowie Rao, V. Pandu Ranga, (Panduranga)
Rao, K. Bhaskara, Gowda, H. S., und Rao, G. Gopala. Vanadametry — Estimation of Arsenite — Use of Iodine Monochloride and Osmium Tetroxide as Catalysts 180 [Or]
Rao, V. Pandu Ranga, und Rao, G. Gopala. A New Spot Test for Vanadium (V) 100 [Or]
Rapaport, L. I. Mikrokristalloskopische Identifizierung von Barbituraten 218
Rapp, R., siehe Albert, R.
Rauen, H. M. Biochemisches Taschenbuch 236 [L]
Ray, A. K. Use of Biguanide Sulphate as a Reagent 18 [Or]
Ray, N. H. Gaschromatographische Anordnung 36
Redfern, S., siehe Landis, Q.
Redfield, R. R. Papierchromatographische Trennung von Aminosäuren* 310
Redfield, R. R., und E. S. G. Barron. Papierchromatographische Trennung von Aminosäuren 310
Reed, K. G., siehe Holmes, F.
Reed, R. I., siehe MacDonald, A.
Rehm, C. R., siehe Higuchi, T.
Reichard, O. Bestimmung von Citronensäure 318
Rein, J. E., siehe Dykes, F. W.
Reinmuth, O. M., siehe Klatskin, G.
Remy-Genneté, P., und Audouze, B. Bestimmung von CaO, $CaCO_3$, $Ca(OH)_2$ und MgO in Kalk 64
Remy-Genneté, P., Mauret, P., und Audouze, B. Bestimmung von Calciumoxyd in gebranntem Kalk 64
Revinson, D., siehe Anderson, K.
Rhoads, S. C., siehe Lambert, J. L.
Ribereau-Gayon, J., Peynaud, E., und Lafourcade, S. Mikrobiologische Bestimmung von Nicotinsäureamid in Weinen 374
Ribereau-Gayon, P. Bestimmung verschiedener Farbstoffe in Rotweinen 449
Ribereau-Gayon, P., Subraud, P., und Durquety, P. M. Identifizierung der Mono- und Diglucoside von Farbstoffen in Rotweinen 449
Richterich-van Baerle, R., siehe Goldstein, L.
Riddick, J. A., siehe Jones, L. R.
Rienäcker, G., und Jerschkewitz, H.-G., siehe Fresenius-Jander: Handbuch der analytischen Chemie. 3. Teil. 112 [L]. — Siehe auch Jerschkewitz, H.-G.

---

* der letzte Hinweis in Fn[5] (S. 310) soll heißen **142**, 446 (1954), (also nicht 448)

Riesenfeld, E. H. Anorganisch-chemisches Praktikum. Qualitative Analyse und anorganische Präparate 115 [L]
Riley, J. P. Bestimmung von Ammoniak in Meerwasser 204
Ring, S. A. Bestimmung von Caesium neben anderen Alkalimetallen 295
Ritter, F. Korrosionstabellen nichtmetallischer Werkstoffe, geordnet nach angreifenden Stoffen 375 [L]
Roberts, Ch. B., siehe Malmstadt, H. V.
Robinson, J. B. D. Stickstoffbestimmung in Blättern des Kaffeebaumes 210
Robson, J. S., siehe Bhattacharya, S. K.
Rochnovlund, A., siehe Gardell, S.
Rocquet, P. Nephelometrische Bestimmung von Aluminium im Stahl 52
Rodríguez-Pazqués, R. H., siehe Possidoni-de-Albinati, J. F.
Roe, J. H., siehe Canady, W. J.
Röck, H. Theorie der Entwicklungs-Verteilungs-Gaschromatographie 36
Rogers, R. R., und Viens, G. E. Destillation von metallischem Magnesium 46
Roginskaja, B. S., siehe Goldinov, A. L.
Rokosinyi, H. E., siehe Pungor, E.
La Rosa, C. N., siehe La Rosa C. N. (unter L)
Roschen, H. L., siehe King, A. E.
Rosenberg, H., Ennor, A. H., und Morrison, J. F. Colorimetrische Bestimmung von Arginin 312
Rosotte, R. Bestimmung von Aluminium im Stahl 52
Ross, J. F., siehe Peters, T.
Roth, H. Bestimmung von Schwefel 147
Roth, M., und Lader, S. Absorptionstitrationsgefäß für die Bestimmung von Schwefel im Stahl 205
Roubal, Z., siehe Kakáč, B.
Rovai, A., siehe Bergamini, C.
Roy, K. L., siehe Gosh, A. K.
Royer, G. L., siehe Davis, S. M.
Rozova, M. I., siehe Kiseleva, N. A.
Rud', E. Ch., und Skočilova, S. Ja. Bestimmung kleiner Phenolmengen in Kohlenwasserstoffen 208
Rüdorff, W., und Zannier, H. Bestimmung von Kalium mit Natriumtetraphenyloborat 433
Ruiz, S. L. Extraktion synthetischer Farbstoffe aus Lebensmitteln und ihre Identifizierung 449
Rulfs, Ch. L., siehe Meyer, R. J.
Runner, M. E., und Balog, G. Gebrauch von Fluorothen 131
Rusconi, Y., siehe Wenger, P.-E.

Sadek, F., siehe Flaschka, H.
Sailer, E., siehe Hoek, H.
Sajó, I. Neue Indikationsmethode der Komplexometrie 291
Sallmann, R., siehe Anderegg, G.
Salzer, F., und Weber, G. Identifizierung von Polyolen 73
Sandell, E. B., siehe Kolthoff, I. M.
Sandulesco, G., siehe Girard, A.
Sansoni, B., und Klement, R. Papierelektrophoretische Trennung kondensierter Phosphate 81
Šapošnikova, M. I., siehe Korenman, I. M.
Sarkanen, K., siehe Arlt jr., H. G.
Sastri, M. N., siehe Rao, G. Gopala
Sawyer, R., Tyler, J. F. C., und Weston, R. E. Bestimmung von Kreide in Mehl 367
Scandrett, F. J. Bestimmung von Stickstoff in Blättern 211
Schaefer, E., siehe Ploum, H.
Scharrer, K., und Judel, G. K. Ein spektrochemisches Analysenverfahren zur quantitativen Bestimmung von Spurenelementen in Böden, Düngemitteln und biologischem Material 340 [Or]
Scharrer, K., und Munk, H. Bestimmung von Zink in Böden, pflanzlichen und tierischen Substanzen sowie Düngemitteln 386
Scheffer, F., Meyer, B., Ulrich, B., und Oloffs, P. C. Röntgenographische Analyse von Tonmineralgemischen 462
Schiedt, U., und Stimson, M. Infrarotanalyse bei Anwendung der Kaliumbromid-Preßtechnik 115
Schierbaum, F., siehe Ulmann, M.
Schilz, W. E., und Krynauw, G. N. Maßanalytische Bestimmung von Calcium und Magnesium in Lebensmitteln 366
Schlenk, H., siehe Gellerman, J. L.
Schlund, F., siehe Brandt, W.
Schmid, L., siehe Woidich, K.
Schmidt, A., siehe Fischer, W. M.
Schnakenberg, G., siehe Geiger, E.
Schneider, W., siehe Schwarzenbach, G.
Schober, R., Enkelmann, D., und Christ, W. Bestimmung von Reincasein in Caseinpräparaten 372

Schöne, H. H., siehe Jander, J.
Schöne, W., siehe Büchner, M.
Schoenemann, R. L., siehe Mathers, A. P.
Schols, J. A., siehe Dijkstra, G., sowie Keppler, J. G.
Schröder, E., siehe Thinius, K.
Schubert, M., siehe Badin, J.
Schütz, E., und Schweizer, H. Vereinfachung der komplexometrischen Titration von Magnesium und Calcium 436
Schulek, E., Pungor, E., und Kéthelyi, J. Adsorptionsindikation des Metanilgelbs in Gegenwart von Kaliumnitrat 166
Schulz, F. H. Volumetrische Bestimmung von Fibrin 394
Schulz, R. C., Fauth, H., und Kern, W. Bestimmung von Aldehydgruppen in polymeren Acroleinen 72
Schulze, W. A., Lyon, J. P., und Morris, L. C. Bestimmung von Sauerstoff in Kohlenwasserstoffen 207
Schumann, H. Metallographie 375 [L]
Schwarz, K. Bestimmung des Milchzuckers in Magermilchpulver 371
Schwarzenbach, G. Die komplexometrische Titration 355 [L]. — Siehe auch Anderegg, G.
Schwarzenbach, G., und Schneider, W., siehe Jander, G.: Neuere maßanalytische Methoden 354 [L]
Schweizer, H. Automatische Pipette für Bodendüngemittel und Pflanzenanalyse 385. — Siehe auch Schütz, E.
Schweizerische Gesellschaft für analytische und angewandte Chemie. Seifen und Waschmittel. Definitionen, Untersuchungsmethoden und Anforderungen 376 [L]
Schweizerischer Chemiker-Verband. Ionenaustauscher im Laboratorium und in der Industrie 29 [L]
Scott, L. W., und Leonard jr., G. W. Titration von Tellursäure 149
Šejanova, F. R., siehe Korenman, I. M.
Semenov, N. N., siehe Mandel'stam, S. L.
Šemjatenkova, V. T., siehe Kreškov, A. P.
Senti, F. R., siehe van Etten, C. H.
Šer, Je. S., siehe Luft, B. D.
Seshadri, T. R., siehe XIV. Internat. Kongreß f. Reine u. Angew. Chem. 115 [L]
Shalgosky, H. I. Polarographische Bestimmung von Uran 303. — Siehe auch Ferrett, D. J.
Shank, R. C., siehe Dykes, F. W.
el Sherif, I. M., siehe Issa, I. M.
Sherrington, L. G., siehe Gentry, C. H. R.
Shideler, M. E., siehe Silverman, L.
Shigematsu, T., siehe Ishibashi, M.
Shionoya, M., und Asano, C. Bestimmung von Kalium in Düngemitteln 386
Shirley, E. L., siehe Pepkowitz, L. P.
Shore, V. C., und Katz, M. Nachweis von Pyren, Fluoranthen, Benzanthracen, Chrysen und Benzpyren in der Luft 379
Shore, V. G., und Pardee, A. B. Papierchromatographische Bestimmung von Aminosäuren durch Fluorescenz 310
Short, H. G. Ausschütteln von Eisen bei der Aluminiumbestimmung 52
Sidelkovskaja, F. P., siehe Šostakovskij, M. T.
Siebel, E. Handbuch der Werkstoffprüfung 375 [L]
Siegenthaler, E. Durchführung des Phosphatasetestes mit Natrium-p-nitrophenylphosphat 79
de Silva, N. R., siehe Ludekens, W. L. W.
Silverman, L., und Shideler, M. E. Bestimmung kleiner Mengen Uran in Zirkonium 203
Silverman, L., und Trego, K. Mikrobestimmung von Bor in Uranmetall und Uranylchloridlösungen 459
Silverman, M. D., siehe Watson, G. M.
Silvestre, J., und Hurth, F. Serienbestimmung von Chrom und Vanadium in Stählen 58
Šimáčková, O., siehe Tichomírová, V.
Simmons, M., siehe Johnson, W. C.
Simon, K. Anfärbung von Protein auf Filtrierpapier 394
Simon, S. Bestimmung von Arsen in pharmazeutischen Spezialitäten 215
Simonart, P., und Mayaudon, J. Nachweis von aliphatischen Säuren in verschiedenen Käsearten 371
Singh, B., und Singh, S. Redoxtitrationen mit Eisen(II)-äthylendiaminsulfatlösung 125
Singh, B. R., siehe Majumdar, A. K.
Singh, S., siehe Singh, B.

Singh, U. N., siehe Palit, S. R.
Sircar, Guha, S. S., siehe Misra, R. N., sowie Swain, R. C.
Šivanovič, D. Bestimmung von Arsen in Erzen wie Pyrit 62
Sjavcillo, S. V., Berezovskaja, B. Je., Grinkevič, N. I., und Klopcova, O. V. Bestimmung geringer Mengen Wasser und Säuren in Polysiloxanverbindungen 74. — Siehe auch Kreškov, A. P.
Skočilova, S. Ja., siehe Rud', E. Ch.
Skoog, D. A., und Bartlett, J. K. Titration von Schwefel mit Natriumcyanid 215
Slee, L. J., siehe Ferrett, D. J.
van Slyke, D. D., und Neill, J. M. Bestimmung von Atmungsgasen in biologischen Flüssigkeiten 389
Šmíd, M., Kakáč, B., und Pádr, Z. Spektrophotometrische Bestimmung von 2-Methyl-1,4-naphthochinon 222
Smirnova, L. G., und Čulkova, Z. S. Papierchromatographische Bestimmung von Aminosäuren im Urin 239
Smith, A. M. Bestimmung von Buttersäure in Silofutter 213
Smith, D. M., siehe Bryant, W. M. D.
Smith, E. L. Papierchromatographie 288
Smith, F., siehe Briggs, D. R.
Smith, R., siehe May, I.
Smyth, I. M., siehe Winzler, R. J.
Šnobl, D., siehe Večeřa, M.
Söderström, K. Bestimmung von Dihydroxypropyltheophyllin in pharmazeutischen Zubereitungen 226
Sokolova, L. A., siehe Bobrova, M. I.
Sommer, L., und Hliničková, M. Analytische Bedeutung von Azochromotropfarbstoffen 358. — Funktionelle Gruppen für den Borsäurenachweis 438
Sommer, L., und Kolařík, Z. Kojisäure als Indicator zur komplexometrischen Eisenbestimmung 153. — Anwendbarkeit von Triphenylmethanfarbstoffen als Indicatoren für die Eisen(III)-titration 306. — Siehe auch Okáč, A.
Soos, E. Wertbestimmung von Digitalisdrogen 226
Sosnovski, B. A., und Marner, P. M. Bestimmung von Stickoxyden in der Luft 377
Šostakovskij, M. T., Sidelkovskaja, F. P., und Zelenskaja, M. G. Jodoformreaktion bei der Analyse von Vinylverbindungen 155
Souci, S. W., Thies, H., und Fischler, F. Praktikum der analytischen Chemie. Erster Teil. Praktikum der qualitativen Analyse 283 [L]
Spěvák, A., siehe Večeřa, M.
Spillner, F. Elektrodeneffekte bei konduktometrischen Analysen 38
Spode, E. Fehlerbreite von Blutzuckerbestimmungsmethoden 391
Sporek, K. F. Gravimetrische Bestimmung von Kalium in Seewasser 379. — Bestimmung von Quecksilber in fungiciden Organoquecksilberverbindungen 74, 75
Springer, R., und Herzinger, R. Analyse der Bestandteile des Unverseifbaren in Salbengrundlagen 214
Stamm, H. Titrationen mit alkalischer Permanganatlösung 73. — Siehe auch Jander, G.: Neuere maßanalytische Methoden 354 [L]
Stamm, R. F., siehe Davis, S. M.
Stanton, L. Filter zur Vermeidung von Stromschwankungen an der Quecksilbertropfelektrode 40
Starostenko, E. P., siehe Gorbačev, S. V.
Staudinger, H. Anleitung zur organischen qualitativen Analyse 155 [L]
Stegemann, E., siehe Stegemann, K.
Stegemann, K., siehe Fresenius-Jander: Handbuch der analytischen Chemie. 2. Teil. 112 [L]; sowie Jander, G.: Neuere maßanalytische Methoden 354 [L]
Stegemann, K., und Kienbaum, F., siehe Jander, G.: Neuere maßanalytische Methoden 354 [L]
Stegemann, K., und Stegemann, E., siehe Jander, G.: Neuere maßanalytische Methoden 354 [L]
Stehlík, A., und Ambrož, M. Bestimmung von Sulfid in Natriumsulfidlösungen 148
Stejskal, Z., siehe Blažek, J.
Stepanjuk, E. I., siehe Alimarin, I. P.
Stevenson, P. C., und Mitarb. Trennung von Rhodium und Ruthenium durch Ionenaustausch 44
Stewart, C. P., siehe Bhattacharya, S. K.
Stimson, M., siehe Schiedt, U.
Stjunkel, T. B., und Jakimec, Je. M. Komplexometrische Bestimmung von Sulfat 149

Stock, E. Analyse der Körperfarben 200 [L]
Stoljarov, K. P., und Grigorev, N. N. Nachweis von Thallium 440
Stotz, E., siehe Monty, K. J.
Straumanis, M. E., siehe Fresenius-Jander: Handbuch der analytischen Chemie. 2. Teil. 112 [L], sowie Ieviņš, A.
Strohecker, R., siehe Böhme, H.
Strouts, C. R. N., Gilfillan, J. H., und Wilson, H. N. Analytical Chemistry, The Working Tools 113 [L]
Subraud, P., siehe Ribereau-Gayon, P.
Suematsu, K., siehe Ikegami, T.
Šulcek, Z., siehe Doležal, J.
Sully, B. D. Endpunktserkennung bei jodometrischen Titrationen 124
Sulzberger, R., siehe Urech, P.
Susano, C. D., Menis, O., und Talbott, C. K. Bestimmung höherer Konzentrationen von Uran 152
Šustova, M. B., siehe Nazarenko, V. A.
Suter, H., und Hadorn, H. Untersuchung von Mayonnaise 372. — Siehe auch Hadorn, H.
Suzuki, M., siehe Hirano, S.
Švasta, J., siehe Doležal, J.
Svoboda, O., und Prodinger, W. Bestimmung von Zink mit Indo-oxin 386
Swain, R. C., Misra, R. N., und Guha Sircar, S. S. Thioglykolsäureanilide in der anorganischen Analyse 130
Swann, M. H., und Adams, M. L. Schnelle colorimetrische Nitratbestimmung 444
Sweet, T. R., siehe Eldridge, A.
Świętosławska, J. Genauigkeit spektrophotometrischer Analysen von Zweikomponentensystemen 31. — Genauigkeit der Untersuchung von Carbazol-Anthracen-Gemischen 32
Sykes, P. W. Bestimmung von Lithium in Erzen 60
Syrjanova, N. G., siehe Bljum, I. A.
Szabó, Z., und Király, D. Bestimmung der Dichte kleiner Gasmengen 295
Szekeres, L., und Bakács-Polgár, E. Die Bestimmung von Alkalihydroxyden neben Alkalicarbonaten nach der Fällungsmethode 194 [Or]
Tabushi, M., siehe Ishibashi, M.
Täufel, K., und Vogel, R. Analytische Kennzeichnung der Oxydationsbereitschaft ungesättigter Fette 451
Tai, H., siehe Hill, Ch. H.
Takayama, Y., Kurata, Ch., und Enomoto, K. Bestimmung von Methanol in Anwesenheit von Aldehyden 308
Takei, S. Bestimmung kleiner Mengen Ammoniak 144
Takino, Y. Mikrobestimmung von Metallionen 358. — Siehe auch Takiura, K.
Takiura, K., Takino, Y., und Tange, Ch. Azotometrie anorganischer Salze 358
Talbott, C. K., siehe Susano, C. D.
Talipov, Š. T., siehe Maksimyčeva, Z. T.
Tamiya, N., siehe Kameyama, T.
Tananaev, N. A., und Korobova, I. A. Spanlose Bestimmung von Phosphor in Legierungen 384
Tange, Ch., siehe Takiura, K.
Tannenbaum, M., und Bricker, C. E. Nachweis von Hexamethylentetramin 454
Tappel, A. L., siehe Miyada, D. S.
Taube, W. Bestimmung von freiem Formaldehyd in Photorohpapieren 71
Taylor, R. P., und Furman, N. H. Konduktometrische Titration mit Gleichstrom 290
Temkina, V. Ja., siehe Lastovskij, R. P.
Templeman, B. M., und Juneau, J. Bestimmung von Methylenchlorid 158
Tepe, J. B., siehe St. John, C. V.
Terebová, K., siehe Číhalík, J.
Tevebaugh, R. D., siehe Warf, J. C.
Ther, L., siehe Häussler, A.
Thieme, H. Analytik therapeutisch verwendeter Phenothiazinderivate 223, 224
Thieme, J. G., siehe Kaufmann, H. P.
Thies, H., siehe Souci, S. W.
Thilo, E. Anorganische Chemie in Frage und Antwort 132 [L]. — Siehe auch Grunze, H.
Thilo, E., Grunze, H., Hämmerling, J., und Werz, G. Identifizierung von Polyphosphaten neben Orthophosphat 146
Thinius, K., und Schröder, E. Identifizierung und Bestimmung von Polyolen in plastischen Massen 73
Thomason, P. F., siehe Fisher, D. J., sowie Horton, A. D.

Thomis, G. N., und Kotionis, A. Z. Verteilung von Bromthymolblau zwischen Wasser bei verschiedenen p_H-Werten und Chloroform in Gegenwart organischer Basen 217
Tichomírová, V., und Šimáčková, O. Bestimmung kleiner Mengen Calcium neben viel Magnesium 436
Tichonowa, A. A., siehe Muchina, S. S.
Ticker, A., siehe La Rosa, C. N.
Tiličeev, M. D., Borovaja, M. S., und Buk, V. S. Kryoskopische Bestimmung von Arenen in Naphthaölen 70
Tiličeev, M. D., und Okinševič, N. A. Kryoskopische Bestimmung ungesättigter Verbindungen in Erdölfraktionen 70
Tiselius, A., siehe Kunkel, H. G.
Tolstikov, G. A., siehe Gladyšev, V. P.
Tomic, E., und Khalifa, H. Photometrische Bestimmung von Thorium mit Indooxin 326 [Or]
Tomiček, O., Procke, O., und Pavelka, P. Potentiometrische Mikrotitration von Antimon 302
Tompkins, E. R., Khym, J. X., und Cohn, W. E. Trennungen durch Ionenaustausch 43
Toner, S. D. Bestimmung des Harzgehaltes von Kunstharzfolien 74
Trabert, H. Colorimetrische Bestimmung von Alkaloiden auf Papierchromatogrammen 229
Trakas, A. P., siehe Peters, T.
Trego, K., siehe Silverman, L.
Trönnberg, G. Mikrotitration nichtspezifischer Kälteagglutinine 238
Troickij, K. V. Nachweis kurzlebiger radioaktiver Elemente 43
Tubbs, C. F. Auswertung potentiometrischer Titrationskurven 317
Tulus, M. R., und Ulubelen, A. Papierchromatographische Abtrennung und colorimetrische Bestimmung von Santonin in Drogen 224
Turk, E. H., siehe Dykes, F. W.
Turovceva, Z. M., siehe Mandel'stam, S. L.
Tyler, J. F. C., siehe Sawyer, R.
Tyner, E. H. Bestimmung von Kreide in Mehl mit Chloranilsäure 367

Udy, D. C. Küvette geringer Schichtdicke für colorimetrische Routinemessungen 362
Ueda, Y., siehe Momose, T.
Ulex, G., siehe Neuwald, F.
Ulmann, M., und Schierbaum, F. Feuchtigkeitsbestimmung in Stärkeproben 366
Ulrich, B., siehe Scheffer, F.
Ulrich, H. M. Handbuch der chemischen Untersuchung der Textilfaserstoffe 377 [L]
Ulubelen, A., siehe Tulus, M. R.
Underwood, A. L., siehe Hill, Ch. H.
Urech, P., und Sulzberger, R. Destillation von metallischem Magnesium 46
Usatenko, Ju. I., und Gurejeva, L. I. Trennung von Aluminium und Zirkonium durch Ionenaustausch 140
Uzumasa, Y., Hikime, S., und Yoshida, H. Spektrochemische Lösungsanalyse 30

Vacek, J., und Laštovková, M. Bestimmung des Calciumsalzes der N-Benzoyl-p-aminosalicylsäure 219
Vainstein, E. Je., und Pavlenko, L. I. Einfluß der Zusammensetzung auf die Molybdänbestimmung in Gesteinen 61
Vainštejn, Ju. I., siehe Lastovskij, R. P.
Valin, J. Bestimmung von Zucker im Honig 365
Vaníčková, E., siehe Buděšínský, B.
Vasudeva Murthy, A. R., und Narayan, V. A. Ausnahmeerscheinungen bei der Papierchromatographie anorganischer Salze 288
Vaupotitsch, W., siehe Gorbach, G.
Večeřa, M., Gasparič, J., Šnobl, D., und Jureček, M. Identifizierung von Dialkylsulfiden 308
Večeřa, M., und Spěvák, A. Bestimmung von Schwefel in organischem und anorganischem Material 147. — Siehe auch Jureček, M.
Vega Bragado, J., siehe Gaspar y Arnal, T.
Veiser, O., siehe Fuchs, W.
van der Velde, W., siehe Detmar, D. A.
Verburg, W., siehe Jayme, G.
Verovsky, M., siehe Holaday, D. A.
Vicenová, E., siehe Přibil, R.
Viens, G. E., siehe Rogers, R. R.
du Vigneaud, V., siehe XIV. Internat. Kongreß f. Reine u. Angew. Chem. 115 [L]
Vinogradova, E. N., und Čudinova, N. N. Polarographisches Verhalten von Gallium 439

Viswanathan, A., und Gireesan, S. Bestimmung von Jodidionen neben anderen Halogeniden 448
Vladimirova, V. M., siehe Gorjušina, V. G.
Vodák, Z., und Leminger, O. Farbreaktionen von Pyrogallolsulfophthalein und seinem Dibromderivat mit Silberionen 435
Vogel, R., siehe Täufel, K.
Volbert, F., siehe Kaufmann, H. P.
Volmar, Y., siehe Ebel, J.-P.
Volume, W. F., siehe Brown, J. F.
van Voorst, F. T. Anilinpunkt 369
Vřeštál, J., und Havíř, J. Titration von Cyanidion mit Nickelsalz 140. — Komplexometrische Bestimmung von Blei mit Brenzcatechinviolett als Indicator 442
Vřeštál, J., und Kotrlý, S. Komplexometrische Bestimmung von Blei 441
Vydra, F., und Karlík, M. Konduktometrische Titrationen in der Chelatometrie 290. — Bestimmung der Gesamthärte von Wasser 291

Waddell, W. J., Spektrophotometrische Eiweißbestimmung 394
Wade, A. P., siehe Edwards, R. W. H.
Wakamatsu, S. Bestimmung von Magnesium in basischen Schlacken 65
Waldron, J. D. Anwendungsmöglichkeiten der Massenspektrometrie 41
Wall, R. F., siehe Worting, A. W.
Wallraf, M. Gerät zur optischen Endpunktsbestimmung bei der Calcium- und Magnesium-Titration mit Äthylendiamintetraacetat 332 [Or]
Walther, H., siehe Prange, G.
Walti, R. Qualitative Analyse. Ein Hilfsbuch für das analytisch-chemische Praktikum 283 [L]
Ward, F. L., siehe Lederer, M., sowie Miller, J.
Warf, J. C., Cline, W. D., und Tevebaugh, R. D. Bestimmung von Fluoriden in radioaktiven Substanzen 304
Warren, A. T., siehe Howland, F. O.
Watson, G. M., Silverman, M. D., und McDuffie, H. F. Zersetzung von Peroxyd in wäßriger Uranylsulfatlösung 45
Webb, A. D., siehe Ikeda, R. M.
Weber, G., siehe Salzer, F.
Wegner, E. Nachweis von 8-Oxychinolin im Rauch von Pfeifentabak 228. — Bestimmung von Alkaloiden durch Fällung als Reinecke-Salz 231
Weihrauch, H. Rundfilterpapierchromatographie 287
Wendland, G. Nachweis von Hexamethylentetramin 454
Wendt, H., und Brechlin, A., siehe Fresenius-Jander: Handbuch der analytischen Chemie. 2. Teil. 112 [L]
Wenger, P.-E., Monnier, D., und Rusconi, Y. Analyse qualitative minérale 432 [L]
Werz, G., siehe Thilo, E.
West, Ph. W., und Duff, McG. A. Substituierte Amide der Thioglykolsäure als Metallreagentien 294. — Siehe auch Hara, R.
West, T. S., siehe Belcher, R.
Weston, R. E., siehe Sawyer, R.
Weynants, A., siehe Eeckhout, J.
Wheatley, V. R., siehe James, A. T.
Wiele, H. Bestimmung des Glühverlustes von Tonerdehydraten 462
Wilder, jr., P., siehe Buyske, D. A.
Wilkinson, N. T., siehe Fogg, D. N.
Wilkinson, P. R., siehe Hall, J. L.
Willard, H. H., und Dean, J. A. Polarographische Bestimmung von Aluminium 53
Williams, A. F., siehe Murray, W. J.
Williams, F. G., Pickles, E. G., und Durrum, E. L. Papierelektrophoretische Technik 121
Wilson, E. M., siehe Greene, S. A.
Wilson, H. N., siehe Strouts, C. R. N.
Wingfield, P. M., siehe Allsop, H. J.
Winstein, S., siehe XIV. Internat. Kongreß f. Reine u. Angew. Chem. 115 [L]
Winter, E. Indicator für die Kohlendioxydsättigung von Kalilauge 281 [Or]
Winzler, R. J., Devor, A. W., Mehl, J. W., und Smyth, I. M. Bestimmung von Mucoprotein 398
Wise, C. S., siehe Jeanes, A., sowie Jones, R. W.
Woidich, K., Schmid, L., und Gnauer, H. Potentiometrische Titrationen in der Lebensmittelanalytik 317
Wolf, G. Neue Apparatur zur Rundfilterchromatographie 287
Woodhead, J. L., siehe Fudge, A. J.
Woodward, G. E., siehe Dohan, J. S.
Woodward, R. B., siehe XIV. Internat. Kongreß f. Reine u. Angew. Chem. 115 [L]

Work, P. L., und Juliard, A. L. Spektrochemische Bestimmung von Metallen in organischem Material 31
Worting, A. W., Wall, R. F., und Zinn, T. L. Stabiles Betriebskontrollinstrument vom Typ des Ultrarotabsorptionsschreibers 117
Wright, N., siehe Potts, jr., W. J.

Yamaguchi, Sh. Über eine Methode zur qualitativen Analyse von Al_2O_3-ThO_2-Gemischen mit Hilfe von Röntgenstrahlenmikroskopie und Elektronenbeugung 16 [Or]. — Verwendung des Absorptionseffektes der Elektronen- und Röntgenstrahlen zur qualitativen und quantitativen Analyse 109 [Or]
Yamamoto, K. Bestimmung von Kupfer, Zink und Mangan in Pflanzenasche 211
Yamamoto, Y., siehe Ishibashi, M.
Yokosuka, S. Bestimmung kleiner Mengen Mangan und Silicium in metallischem Nickel 205
Yoshida, H., siehe Uzumasa, Y.
Yoshihara, K., siehe Kimura, K.
Yoshitake, siehe Perkin
Young, R. S. Bestimmung kleiner Mengen Wismut 302
Yuen, S. H., und Pollard, A. G. Bestimmung von Stickstoff in Blättern 211

Zaiceva, G. M., siehe Platonova, O. P.
Zajdel', A. N., Kalitejevskij, N. I., Lipis, L. V., Čajka, M. P., und Beljaev, Ju. I. Spektralanalyse durch Verdampfung 30
Zannier, H., siehe Rüdorff, W.
Zavarichina, G. B., siehe Lukin, A. M.
Ždanov, A. K., Chadejev, V. A., und Makrickaja, E. K. Amperometrische Titration von Cadmium mit Kaliumjodidlösung und gemeinsame Titration von Cadmium und Wismut bzw. Cadmium und Zink 438
Zechner, S., siehe Fernlund, U.
Zelenskaja, M. G., siehe Šostakovskij, M. T.
Zentner, H. Bestimmung von Magermilchpulver in Brot 368
Ziegler, K., siehe XIV. Internat. Kongreß f. Reine u. Angew. Chem. 115 [L]
Zimmermann, W. Destillationsapparatur für Schwefelwasserstoff 148
Zin, R. M., siehe Glusman, L. D.
Zinn, T. L., siehe Worting, A. W.
Zolotuchin, V. K. Nachweis von Beryllium 132
Zschaage, W., siehe Grüttner, B.
Zuman, P. Fortschritte in der Polarographie auf dem Gebiet der Pharmazie 214
Zvereva, M. N., siehe Moračevskij, Ju. V.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen)

Abkühlungszeit zur Abkühlung von Porzellantiegeln in Exsiccatoren 361
Abwasser, polarographische Bestimmung von Quecksilber(II)-Ionen 40; siehe auch Wasser
Acenaphthene, Bestimmung in Gasöl 42
Acenaphthylene, Bestimmung im Gasöl 42
Acetat, Einfluß auf das Verhalten von Metallanthranilaten 359; auf die chelatometrische Bestimmung von Eisen(III) 253
Aceton, Infrarotabsorption 116; in wäßriger Lösung 117
Acetophenetidin, Bestimmung in Gemischen 220
Acetylen, Infrarotabsorption 116; gaschromatographische Abtrennung 119
Acetylierung des Papiers, Umgehung in der Chromatographie 35
Acetylsalicylsäure, Bestimmung in Gemischen 220; Bestimmung von Amphetaminsulfat neben Acetylsalicylsäure 217
Acrolein, Infrarotabsorption 116; Bestimmung von Aldehydgruppen in polymeren Acroleinen 72
Acrylnitril, Bestimmung des Carbonylgehaltes 209
Acylhydrazine, papierchromatographische Abtrennung 157
Adipinsäure, massenspektrometrische Bestimmung von Deuterium 42
Adsorptionsindikation des Metanilgelbs 161

Äpfelsäure, Bestimmung in Diätsalz 318; Störung bei cerimetrischen Titrationen 428
Äquivalenzpunkt, Verbesserung bei photometrischen und konduktometrischen Titrationen 38
Äthan, Infrarotabsorption 116; gaschromatographische Abtrennung 119
Äthanol, Infrarotabsorption 116; in wäßriger Lösung 117; siehe auch Äthylalkohol
Äther, Bestimmung von Schwefel in Gegenwart von Äther 215
Äthylacetat, Bestimmung der Feuchtigkeit 68
Äthyläther, Infrarotabsorption 116
Äthylalkohol, Bestimmung in Gemischen 156; siehe auch Äthanol
Äthylchlorid, Infrarotabsorption 116
Äthylen, Infrarotabsorption 116; gaschromatographische Abtrennung 119
Äthylendiamin, Hochfrequenztitration 122
Äthylendiamintetraacetat, Titerkonstanz in sehr verdünnter Lösung 23; Titerstellung 27; Anwendung bei der chromatographischen Abtrennung von Gallium 439; Gerät zur optischen Endpunktsbestimmung bei Calcium- und Magnesiumtitrationen mit ÄDTA 332; Tetranatriumsalz zur Bestimmung von Sulfat und von Barium 447
Äthylendiamintetraessigsäure, elektrophoretische Wanderung der Komplexe 37
Äthylendichlorid, Bestimmung in der Luft 378
Äthylenglykol, Infrarotabsorption von Diäthylenglykol neben Äthylenglykol in wäßriger Lösung 117
Äthylenoxyd, Infrarotabsorption 116
Äthylmercaptan, Infrarotabsorption 116
Äthylnitrat, Infrarotabsorption 116
Äthylnitrit, Gehaltsbestimmung 215
Äthylpyridine, Retentionsvolumina 316
Äthylrot, Verwendung als Indicator für Titrationen in wasserfreier Essigsäure 293
Agar-Agar, Identifizierung 320
Agglomerate, Spektralanalyse 65
Agglutinationsmethode, colorimetrische Agglutationsmethode zur Bestimmung von Gerbstoffen 216
Alanin, Bestimmung 286; papierelektrophoretische Bestimmung 396
Alaunschiefer, Bestimmung von Uran 63
Albumine, papierelektrophoretische Bestimmung 397; Bestimmung in Plasma 394
Aldehyde, gaschromatographische Bestimmung 119; papierchromatographische Bestimmung 309; Chromatographie einiger 2,4-Dinitrophenylhydrazone 212; Bestimmung geringer Mengen von Methanol neben Aldehyden 308
Aldehydgruppen, Bestimmung in polymeren Acroleinen 72
Alginat, Identifizierung 320
Aliphaten, gaschromatographische Untersuchung 119
Aliphatische Säuren, Nachweis in Käsearten 371
Alkalicarbonate, Bestimmung von Alkalihydroxyden neben Alkalicarbonaten nach der Fällungsmethode 194
Alkalihydroxyd-Eisen-Weinsäure, Lösungsmittel für Cellulose 209
Alkalihydroxyde, Bestimmung neben Alkalicarbonaten nach der Fällungsmethode 194
Alkalimetalle, Bestimmung von Mikrogrammengen Caesium neben Natrium und anderen Metallen 295; siehe auch Gesamtalkali
Alkaliorthophosphate, Infrarot-Absorptionsspektren 241
Alkalisalze, Bestimmung von Sulfat und Barium neben Alkalisalzen 447
Alkalische Lösungen, p_H-Messungen mit der Hochalkali-Glaselektrode 361
Alkaloid D, Bestimmung in Curarealkaloiden 233
Alkaloide, colorimetrische Bestimmung auf Papierchromatogrammen 229; polarographische Bestimmung 214; amperometrische Bestimmung 41; Bestimmungsmethode durch Verteilung von Bromthymolblau zwischen Wasser und Chloroform 217
Alkane, gaschromatographische Untersuchung 119
Alkohol, Bestimmung von Pyridin in vergälltem Alkohol 68
Alkohole, gaschromatographische Bestimmung 119
Alkoholische Destillate, Bestimmung von Fuselölen 451
Alkoxyl, Bestimmung 159; Apparatur zur Bestimmung nach Vieböck und Schwappach 160
Alkylhydrazine, papierchromatographische Abtrennung 157
Allen, Infrarotabsorption 116
Aluminium, innerer Standard zur spektrochemischen Analyse von Hiduminium 29; papierelektrophoretisches Verhalten 190, 192; Reaktion mit

Parafuchsinhexaessigsäure 128; Bestimmung 358, 455; Mikrobestimmung 203, 358; spektrochemische Bestimmung 31; radiochemische Bestimmung mit Hilfe von ^{210} Polonium 44; Bestimmung mit Aluminon 139; chelatometrische Bestimmung neben Eisen und Chrom 248; Bestimmung neben Eisen 359; neben Eisen und Titan 299; Trennung von Beryllium 190, 435; von Zirkonium durch Ionenaustausch 140; von Eisen(III) und Chrom(III) 254; von Eisen 190, 192; Bestimmung in Silicaten 60; in Eisenerzen 63, 463; massenspektrometrischer Nachweis in Kupfer 42; Bestimmung in Chrom-, Nickel- und Magnesiumlegierungen 383; chromatographische Bestimmung in Eisen und Stahl 53; nephelometrische Bestimmung im Stahl 52; Störung beim Silbernachweis 435; Maskierung bei der Wasserhärtebestimmung 291; radiochemischer Nachweis von Verunreinigungen 43; Bestimmung von Cadmium neben Aluminium 359; von Cadmium neben Aluminium in Legierungen 438; Abtrennung des Phosphations 301; Bestimmung des Oxyds in Metall 47

Aluminiumbronze, polarographische Bestimmung von Zink 202

Aluminiumkupferlegierungen, Bestimmung von Kupfer 381

Aluminiumlegierungen, Bestimmung von Kupfer 381; von Mangan, Cer und Chrom 384

Aluminiumoxyd, Bestimmung in Aluminiummetall 47; spektrochemische Bestimmung verschiedener Beimengungen 30; Analyse eines Gemisches mit Thoriumoxyd 16

Aluminiumphosphatmineralien, Trennung von Kaolinit 63

Aluminiumsulfat, Thermostabilität 294

Aluminon zur Aluminiumbestimmung 139; Indicator zur komplexometrischen Eisen(III)-bestimmung 306

Amalgamelektroden zur Trennung von Lanthaniden 298

Ameisensäure, Infrarotabsorption 116; Bestimmung in Diätsalz 318

Amidosulfonsäurelösung, Maßlösung in der Amperometrie 41

Amine, gaschromatographische Untersuchung von Gemischen 119; Bestimmung von Wasser nach Karl Fischer 127

Aminoalkohole, Bestimmung in Diätsalz 318

Aminobenzoesäuren, Verwendung in der anorganischen Analyse 130

Aminoessigsäure bei der potentiometrischen Titration von Kobalt mit Cyanoferrat(III) 307

Aminogruppe, Bestimmung von Lokalanaestheticis mit freier Aminogruppe 217

δ-Aminolävulinsäure, Vorkommen und Bestimmung im Harn 392

Aminosäuren bei der Wielandschen Retentionsanalyse 35; Infrarotabsorption in wäßriger Lösung 117; papierchromatographische Bestimmung 286, 287; Bestimmung auf Papierchromatogrammen durch Fluorescenz 310; Bestimmung mit Ninhydrin 311; papierelektrophoretische Bestimmung 396; Bestimmung im Urin 239

p-Aminosalicylsäure, Reaktion mit verschiedenen Metallen 443

Ammoniak, Infrarotabsorption 116; spektralphotometrische Bestimmung 144; Titration in Glykol-Phenolgemischen 314; elektrophoretische Wanderung der Komplexe 37; Sammeln von Harn für die Bestimmung von Ammoniak 389

Ammonium, Bestimmung nach Fällung als Tetraphenyloborat 433; Titration neben Kalium nach Fällung der Ionen 433; Bestimmung in Diätsalz 318; Bestimmung von Kalium neben Ammonium mit Natriumtetraphenyloborat 433

Ammonium-Calcium-Cyanoferrat(II) bei der Fällung von Kalium und Ammonium 433

Ammoniumnitrat, Bestimmung von Uran- und Thoriumspuren 42

Ammoniumparamolybdat, Thermostabilität 294

Ammoniumphosphat, Infrarot-Absorptionsspektrum 242

Ammoniumsalze, Bestimmung von Sulfat und Barium neben Ammoniumsalzen 447

Ammoniumtetrarhodanomercurat(II) zur Titration von Zink und Kupfer 437

Amperometrie, Übersicht 37; Fortschritte 41; Verwendung komplexchemischer Verdrängungsreaktionen 321

Amphetaminsulfat, Bestimmung 217

Amylalkohol, Analyse in Mischungen 156

α-Amylase, Bestimmung in Getreide und Mahlprodukten 368
Amylnitrit, Gehaltsbestimmung 215
Anaesthetica, polarographische Bestimmung 214
Analergin, Bestimmung 226
Analgetica, polarographische Bestimmung 214
Analyse mit Hilfe von Röntgenstrahlen 32; durch Röntgenabsorptions- und -fluorescenzmessung 33; Verwendung des Absorptionseffektes der Elektronen- und Röntgenstrahlen zur qualitativen und quantitativen Analyse 109; der Chromatographie in der qualitativen Analyse 285; Anwendung der Komplexone 128; Untersuchung des unlöslichen Rückstandes, der Bariumsulfat enthält 126; Verwendung von Jodmonochlorid in der Maßanalyse 359; von Thioglykolsäureaniliden 130; Handbuch der Analytischen Chemie. Teil 2 u. 3 (Fresenius-Jander) 112 [L]; Einleitung (Goehring) 114 [L]; Qualitative Analysis Using Semimicro Methods (Gilreath) 284 [L]; qualitative Analyse (van Nieuwenburg - van Ligten) 113 [L]; qualitative Analyse (Walti) 283 [L]; qualitative minérale (Wenger-Monnier-Rusconi) 432 [L]; Anleitung zur organischen qualitativen Analyse (Staudinger) 155 [L]; Arbeitsgeräte und Arbeitstechnik (Strouts - Gilfillan - Wilson) 113 [L]; Analyse der Körperfarben (Stock) 200 [L]
Analytical Chemistry, The Working Tools (Strouts, Gilfillan und Wilson) 113 [L]
Analytische Chemie (Krantz) 283 [L]; Anleitung zum Praktikum (Souci-Thies-Fischler) 283 [L]
Analytische Standards, Thermostabilität 294
Anatas, Bestimmung in Weißpigmenten 388
Anilinpunkt zum Nachweis der Raffination von Schweineschmalz 369
Anionen, Einfluß auf die chelatometrische Bestimmung von Eisen(III) 251
Anionenaktive Stoffe, Bestimmung des Ionen-Typs mit Farbindicatoren 356
Anionenaustauscher zur Trennung von Phosphat von Eisen, Aluminium und Calcium 301
Anionit zur Trennung von Phosphat von Eisen, Aluminium und Calcium 301
Anisidine, Verwendung in der anorganischen Analyse 130
Anleitung zur organischen qualitativen Analyse (Staudinger) 155 [L]
Anleitung zum Praktikum der analytischen Chemie (Souci - Thies-Fischler) 283 [L]
Anorganisch-chemisches Praktikum, Quantitative Analyse und anorganische Präparate (Riesenfeld) 115 [L]
Anorganische Chemie (Klemm) 132 [L]; Experimentelle Einführung (Biltz-Klemm-Fischer) 132 [L]; in Frage und Antwort (Thilo) 132 [L]
Anorganische Ionen, Entfernung aus Lösungen von Isomaltose und Isomaltotriose 320
Anorganische Salze, Azotometrie 358; Ausnahmeerscheinungen bei der Papierchromatographie 288
Anorganische Stoffe, massenspektrometrische Analyse 41
Anorganisches Material, Bestimmung von Schwefel 147
Anstrichmängel und Anstrichschäden. Ihre Ursachen und Verhütung (Hess) 376 [L]
Anthracen, Genauigkeit der Untersuchung eines Gemisches mit Carbazol 32
Antibiotica, polarographische Bestimmung 214
Antimon, chromatographischer Nachweis 285; Bestimmung 455; mikrochemische Bestimmung 203; potentiometrische Mikrotitration 302; spektrochemische Bestimmung in Aluminiumoxyd 30; bromatometrische Titration in Zinn- und Bleilegierungen 50; Bestimmung von Spuren in Stahl 56
Antimon(III), Störung beim Silbernachweis 435
Antimon-Bleilegierungen, Bestimmung von Zinn 49
Antimonit, Bestimmung mit Permanganat 300
Antimonoxyd, Bestimmung von Sauerstoff 59
Antipyretica, polarographische Bestimmung 214
Antiseptica, Bestimmung von Wismut-7-jod-8-oxychinolin-5-sulfonat 227
Antistin, Bestimmung 226
Apatit, Bestimmung von Phosphat 462
Apatitkonzentrate, Bestimmung des Phosphatgehaltes 463
Apatit-Nephelinerz, Bestimmung des Phosphatgehaltes 463

Arabinose, Bedeutung des Nachweises bei der Identifizierung von Quellstoffen 320; papierchromatographische Bestimmung 313
Arecolin, Bestimmung 229
Arene, kryoskopische Bestimmung in Naphthaölen 70
Arginin, Bestimmung 286; colorimetrische Bestimmung 311; papierelektrophoretische Bestimmung 396
Aromaten, gaschromatographische Untersuchung 119; massenspektrometrische Bestimmung in Gasöl 42
Aromatische Kohlenwasserstoffe, siehe Arene
Arsen, chromatographischer Nachweis 285; Bestimmung 455; in Erzen und Pyrit 62; in Erzen und technischen Produkten 464; in metallischen, säurelöslichen Stoffen 455; massenspektrometrischer Nachweis in Kupfer 42; Bestimmung in pharmazeutischen Spezialitäten 215; Störung beim Silbernachweis 435
Arsenat, R_f-Werte 146; Bestimmung von Orthophosphat neben Arsenat 145
Arsenate, Infrarotspektren 285
Arsenit, R_f-Werte 146; Bestimmung mit Permanganat 300; vanadametrische Bestimmung 180
Arsenoxyd, Bestimmung von Sauerstoff 59
Arsensäuren, Trennung von Phosphorsäuren 146
p-Arsonobenzolazochromotropsäure, analytische Bedeutung 358
Ascorbinsäurelösung, Maßlösung in der Amperometrie 41
Asparaginsäure, Bestimmung 286
Atmungsgase, Bestimmung in Plasma und Blut 389
Atropin, Bestimmung in Mischungen 229; Verteilung von Bromthymolblau zwischen Wasser und Chloroform in Gegenwart von Atropin 217
Autoagglutinine, Titration 238
Azide, zur Bestimmung von Uran 151
Azochromotropfarbstoffe, analytische Bedeutung 358
Azofarbstoffe zum Borsäurenachweis 439; zum Nachweis von Konservierungsmitteln 454; Analyse 77
Azomethan, Infrarotabsorption 116
Azotometrie anorganischer Salze 358

Bäder, siehe galvanische Bäder
Barbamil, Identifizierung 218
Barbiturate, mikrokristalloskopische Identifizierung 218
Barbitursäure, maßanalytische Bestimmung 218
Barium, Reaktion mit substituierten Trinitrophenolen 160; Bestimmung 447; spektralphotometrische Bestimmung 136; turbidimetrische Bestimmung als Sulfat 137; papierchromatographische Bestimmung 137; konduktometrische Titration mit ÄDTA 291; Bestimmung mit Äthylendinitrilotetraacetat und Phthaleinpurpur als Indicator 296; Bestimmung in Meeressedimenten 65; spektrochemische Bestimmung in Mineralöl 31
Bariumionen, konduktometrische Titration mit Sulfationen 290
Bariumsulfat, Untersuchung des unlöslichen Rückstandes in dem Gang der qualitativen Analyse 126
Bariumthiosulfat-Monohydrat, Reinheitsgrad 295
Basen, konduktometrische Titration mit Säuren unter Verwendung von Gleichstrom 290; siehe auch organische Basen
Benzanthracen, Nachweis in Luft 379
Benzathin-Benzylpenicillin, Wertbestimmung 234
2-Benzhydryloxy-N-N′-dimethyl-äthylamino-8-chlortheophyllin, Bestimmung 228
Benzin, Bestimmung von gelöstem Sauerstoff 207
Benzocain, Verwendung in der anorganischen Analyse 130
Benzoesäure, potentiometrische Bestimmung in Lebensmitteln 317; Bestimmung in fischindustriellen Erzeugnissen 454; massenspektrometrische Bestimmung von Deuterium 42
Benzoinoxim, Hochfrequenztitration 122
Benzol, Infrarotabsorption 116; Bestimmung von gelöstem Sauerstoff 207; gaschromatographische Trennung von Cyclohexan und Thiophen 36
Benzole, Bestimmung in Gasöl 42
Benzothiophene, Bestimmung im Gasöl 42
N-Benzoyl-p-aminosalicylsäure, Bestimmung des Calciumsalzes 219
Benzpyren, Nachweis in Luft 379
Bernsteinsäure, Titration mit Lauge 21; Nachweis in zersetztem Fisch 373
Beryllium, 10 Azofarbstoffe als Reagentien auf Beryllium 133; Reaktion mit Parafuchsinhexaessigsäure 128; Vergleich der Reaktion mit Beryllon II

und mit Chinalizarin 133; papierelektrophoretisches Verhalten 190; Nachweis in Gegenwart anderer Metallionen 132; Bestimmung 455; fluorimetrische Bestimmung mit 8-Hydroxychinaldin 135; gravimetrische Bestimmung mit 8-Hydroxychinaldin 134; Trennung von Aluminium 190; von Aluminium und anderen Elementen 435; Bestimmung in Bronze 435
Beryllon I und II, Reagens auf Beryllium 133
Biguanidinhydrogensulfat, Titration mit Lauge 21, 22
Biguanidinsulfat als analytisches Reagens 18
Bikini-Asche, Nachweis von ^{103m}Rhodium 44
Biochemisches Taschenbuch (Rauen) 236 [L]
Biologisches Material, spektrochemische Bestimmung von Spurenelementen 340; colorimetrische Mikrobestimmung von Phosphor 237; Bestimmung von Chlorid 389; von Jod 390
Bisazofarbstoffe zum Borsäurenachweis 439
3,3′-Bis-(dicarboxydimethyliminomethyl)-o-kresolsulfophthalein), Indicator in der Chelatometrie 292
Bismarckbraun beim Mikronachweis von Nitrit 443
Bismuthiol II als analytisches Reagens 103, 265
Biuretmethode zur Bestimmung von Fibrinogen in Blutplasma 399
Bi-Yellon, Bestimmung 227
Blätter des Kaffeebaumes, Bestimmung des Stickstoffes 210
Blei, Farbreaktion 127; Reaktion mit substituierten Trinitrophenolen 160; elektrophoretische Wanderung von Komplexionen 37; Fällung in gepufferter Lösung 359; chromatographischer Nachweis 285; Nachweis mit Parafuchsinhexaessigsäure 128; Bestimmung 142, 358, 455; spektrochemische Bestimmung 347; konduktometrische Titration mit ÄDTA 291; chelatometrische Bestimmung 357; mit Xylenorange als Indicator 292; mit Brenzcatechinviolett als Indicator 442; mit Brillantkongoblau BFL als Indicator 441; Verdrängung durch Thoriumnitratlösung aus dem Komplexonat 173; Titration mit Chromat und Siloxen als Indicator 50; Bestimmung als Oxalat 126; Bestimmung mit Bismuthiol II 265; Trennung von Eisen 190, 192; kleiner Mengen Wismut von kleinen Mengen Blei 303; spektralanalytische Bestimmung in technischen Produkten 65; in Aluminiumoxyd 30; Bestimmung in aktiven Massen von Bleiakkumulatoren 50; spektrochemische Bestimmung in Mineralöl 31; in Böden, Düngemitteln und biologischem Material 341; Störung beim Thalliumnachweis 440; Bestimmung von Thallium 49; kleiner Mengen von Zinn 49
Bleiakkumulatoren, Bestimmung von Blei und seinen Verbindungen in den aktiven Massen 50
Blei-Antimonlegierungen, Bestimmung von Zinn 49
Bleibronzen, Bestimmung von Kupfer 381
Bleichromat, Fällung aus homogener Lösung 142
Bleijodid, R_f- und S-Werte auf imprägniertem Filterpapier 9
Bleilegierungen, bromatometrische Bestimmung von Antimon 50
Bleioxyd, Bestimmung von Sauerstoff 59
Bleischmelzen, Spektralanalyse 65
Bleiverbindungen, Bestimmung in aktiven Massen von Bleiakkumulatoren 50
Blei-Zinnlegierungen, Bestimmung von Blei 50
Blut, Bestimmung von Atmungsgasen 389; von Sauerstoff und Kohlendioxyd 389; Fehlerbreite der Zuckerbestimmungsmethoden 391; Bestimmung von Phenobarbital und Diphenylhydantoin 392; von Glutathion 393
Blutfiltrate, Vorbereitung zur Glutathionbestimmung 393
Blutplasma, Bestimmung von Fibrinogen 399
Blutserum, Untersuchung durch Infrarotabsorption in wäßriger Lösung 117
Blutzucker, siehe Zucker
Boden, spektrochemische Bestimmung von Spurenelementen 340; Bestimmung von Zink 386; von Molybdän 387
Bodenanalyse, automatische Pipette 385
Bor, Bestimmung 455; spektrochemische Lösungsbestimmung 31; polarographische Bestimmung als Orthoborsäure 297; spektralanalytische Bestimmung in Uran 30; Bestimmung von Spuren in Uran und Graphit 458;

Mikrobestimmung in Uranmetall und Uranylchloridlösung 459; Bestimmung in Pflanzenasche 212
Borax-Natronlauge, Puffergemisch zur Einstellung von p_H-Werten 122
Borax-Salzsäure, Puffergemisch zur Einstellung von p_H-Werten 122
Borsäure, Farbreaktion mit Azochromotropfarbstoffen 358; funktionelle analytische Gruppen zum Nachweis 438; Nachweis 358; Bestimmung von Schwefel in Gegenwart von Borsäure 215
Bortribromid zur konduktometrischen Titration organischer Basen 121
Brenzcatechin, Reaktion mit verschiedenen Metallen 443; bei der Bestimmung von Titan 442; chromatographische Abtrennung 315
Brenzcatechinaldehyd, Reaktion mit verschiedenen Metallen 443
Brenzcatechin-3,6-disulfonsäure bei der Bestimmung von Titan 442
Brenzcatechinviolett, Indicator bei der komplexometrischen Bestimmung von Blei 442
Brillantkongoblau BFL, Indicator bei der komplexometrischen Bleibestimmung 441
Brillantkresylblau, Verwendung als Indicator für Titrationen in wasserfreier Essigsäure 293
Bromat, potentiometrische Titration 124
Bromthymolblau, Verteilung zwischen Wasser und Chloroform in Anwesenheit organischer Basen 217
Bromwasserstoff, Infrarotabsorption 116
Bronze, Bestimmung von Kupfer 381; von Beryllium 435; von Zink 438; Einfluß von Eisen auf die Bestimmung von Zinn in Bronze 201; siehe auch Aluminiumbronze, sowie Bleibronzen
Brot, Bestimmung von Calcium und Magnesium 366; von Magermilchpulver 368
Brucin, Bestimmung 229; Hochfrequenztitration 122; Bestimmung von Strychnin neben Brucin 232
Büretten, Spezialbürette für die komplexometrische Titration von Magnesium und Calcium 436
1,3-Butadien, Infrarotabsorption 116
n-Butan, Infrarotabsorption 116; gaschromatographische Abtrennung 119
Butene, gaschromatographische Abtrennung 119
Butter, Bestimmung von wasserunlöslichen Säuren 370
Butterfett, Molekularrefraktion als analytische Konstante 1
Buttersäure, Bestimmung i. Silofutter 213
Butylalkohol, Bestimmung in Gemischen 156

Cadmium, Farbreaktion 127; Reaktion mit Pyridin- und Chinolincarbonsäuren 359; mit Parafuchsinhexaessigsäure 128; papierelektrophoretisches Verhalten 186; elektrophoretische Wanderung von Komplexionen 37; Fällung in gepufferter Lösung 359; Nachweis in der qualitativen Analyse 137; chromatographischer Nachweis 285; Bestimmung 358, 455; Mikrobestimmung 203, 358; amperometrische Titration mit Kaliumjodidlösung 438; konduktometrische Titration mit ÄDTA 291; chelatometrische Bestimmung 357; mit Xylenorange als Indicator 293; Titration mit Thioharnstofflösung 138; gemeinsame Titration mit Zink 438; mit Wismut 438; Nachweis neben Kupfer 138; Bestimmung in Gegenwart von Kupfer und Aluminium 359; Trennung von Eisen 190, 192; Bestimmung in Legierungen neben Aluminium, Zink und Mangan 438; spektrochemische Bestimmung in Aluminiumoxyd 30; Bestimmung in Zirkonium 457; Entfernung bei der Calciumbestimmung 359; Bestimmung von Thallium 49
Cadmiumoxyd, Bestimmung von Sauerstoff 59
Cadmiumsulfat, Einfluß der Temperatur auf die Geschwindigkeit der Elektrolyse 38
Caesium, Bestimmung nach Fällung als Tetraphenyloborat 433; Bestimmung neben Natrium und anderen Metallen 295; Bestimmung in Gesteinen 461
Calcium, Farbreaktion mit Azochromotropfarbstoffen 358; Reaktion mit Parafuchsinhexaessigsäure 128; Bestimmung 358; spektrochemische Bestimmung 31; spektralphotometrische Bestimmung 135, 136; optische Endpunktsbestimmung bei der komplexometrischen Titration 332; konduktometrische Titration mit ÄDTA 291; chelatometrische Bestimmung 357; Vereinfachung der komplexometrischen Titration 436; Trennung von Magnesium 137; von Strontium und Magnesium 137; Bestimmung neben viel Magnesium 436; Abtrennung des

Phosphations 301; Bestimmung in Lebensmitteln 366; in Diätsalz 318; in Regenwasser 380; in Silicaten 60; in Dolomit und Kalkstein 63; spektralanalytische Bestimmung in technischen Produkten 65; Bestimmung in Phosphatierungsmitteln 59; in Natriumchloridlösungen für die Elektrolyse 66; spektrochemische Bestimmung in Mineralöl 31; Bestimmung von Magnesium neben Calcium 359
Calciumcarbonat, Bestimmung im Kalk 64; in Weißpigmenten 388; Bestimmung von Schwefel in Gegenwart von Calciumcarbonat 215
Calciumhydroxyd, Bestimmung im Kalk 64
Calciumhypobromitlösung, Maßlösung in der Amperometrie 41
Calciumoxyd, Bestimmung in gebranntem Kalk 64
Calciumsilicathydrate, Bestimmung von freiem Kalk und Carbonaten 64
Calebassin, Bestimmung 233
Capillaraktive Stoffe, Bestimmung des Ionen-Typs mit Hilfe von Farbindicatoren 356
Carbazol, Genauigkeit der Untersuchung eines Gemisches mit Anthracen 32
Carbide, Bestimmung im Stahl 51
Carbonat, Bestimmung in Diätsalz 318
Carbonate, Bestimmung in Calciumsilicathydraten 64; siehe auch Alkalicarbonate
Carbonsäuren, Störung bei cerimetrischen Titrationen 428
Carbonylgehalt, Bestimmung in Acrylnitril 209
p-Carboxyazochromotropsäure, analytische Bedeutung 358
Carnaubylacetat, Bestimmung in Salbengrundlagen 215
Casantin, Bestimmung 224
Caseinpräparate, Bestimmung von Reincasein 372
Cellulose, Lösungsmittel auf der Basis Eisen-Weinsäure-Alkalihydroxyd 209
Celluloseglykolat, Identifizierung 320
Cer, Reaktion mit verschiedenen Komplexbildnern 443; mit substituierten Trinitrophenolen 160; colorimetrische Bestimmung 297; Bestimmung in verschiedenen Legierungen 384; in Magnesiumlegierungen 297; in Cer-Uran-Chromlegierungen 202
Cer(IV), Titration mit Uran(IV)-lösung 124
Cerimetrie, induzierte Reaktionen 336, 428
Cerimetrie und Anwendung der Ferroine als maßanalytische Redoxindicatoren (Petzold) 354 [L]
Cer-Mischmetall, Bestimmung von Mangan, Cer und Chrom 384
Cersulfat, Thermostabilität 294
Cer-Uran-Chromlegierungen, Bestimmung von Cer und Chrom 202
Cerylacetat, Bestimmung in Salbengrundlagen 215
Chelatisierende Gruppen, Hochfrequenztitration 122
Chelatometrie, Überblick 290; Theorie der visuellen Endpunktsbestimmung 401; neue Indikationsmethode 291; Verwendung des Kupfer-PAN-Komplexes als Indicator 357; Triphenylmethanfarbstoffe als Indicatoren für komplexometrische Eisenbestimmungen 306; Verwendung konduktometrischer Titrationen 290; Gerät zur optischen Endpunktsbestimmung bei der Titration von Calcium und Magnesium 332; Größe des Fehlers bei Titrationen 407; siehe auch Komplexometrische Titrationen
Chemie, Grundriß der technischen Chemie (Kröger) 200 [L]; Leitfaden für medizinische Berufe (Büchner-Schöne) 236 [L]
Chemiluminescenzindicator, Verwendung von Lophin 356
Chemoterapeutica, polarographische Bestimmung 214
Chinaldinrot, Verwendung als Indicator für Titrationen in wasserfreier Essigsäure 293
Chinalizarin, Reagens auf Beryllium 133
Chinidin, Verteilung von Bromthymolblau zwischen Wasser und Chloroform in Gegenwart von Chinidin 217
Chinin, Bestimmung 226
Chinolin, Empfindlichkeit der Reaktion von Carbonsäurederivaten mit Metallionen 359; konduktometrische Titration 121
Chinolin-Natriummolybdatlösung zur Bestimmung von Phosphor 54
Chinone, Nachweis 221; spektrophotometrische Bestimmung 222
Chlor, Bestimmung in Zirkonium 457; in Vioform 228
Chloracetat, Einfluß auf die chelatometrische Bestimmung von Eisen(III) 252
Chloralkalielektrolyse, Bestimmung von Calcium in Natriumchloridlösungen 66
Chloramin T, Nachweis in Lebensmitteln 320

Chloramin T-lösung, Maßlösung in der Amperometrie 41
Chloraniline, Verwendung in der anorganischen Analyse 130
Chloranilsäure, zur Bestimmung von Kreide in Mehl 367
Chlorate, Infrarotspektren 285
Chlorid, Bestimmung in Phosphatierungsmitteln 59; in Diätsalz 318; in biologischem Material 389
Chloride, Bestimmung in Steinkohlenteer 69
Chlor-jod-oxychinolin, Bestimmung von Chlor und Jod 228
1-(4-Chlormercuriphenylazo)-naphthol-2 zur Bestimmung von Sulfhydrylgruppen in veränderten Wollfasern 210
4-Chlor-2-methylphenoxyessigsäure, Bestimmung 76
Chloroform, Verteilung von Bromthymolblau zwischen Wasser und Chloroform in Anwesenheit organischer Basen 217; Bestimmung von Schwefel in Gegenwart von Chloroform 215
Chlorpromazin, Bestimmung 223
Chlortetracyclin, Bestimmung neben Tetracyclin 235
8-Chlortheophyllin, Bestimmung in Dimenhydrinat 228
Chlorwasserstoff, Infrarotabsorption 116
Cholesterin, Bestimmung von Estern in Salbengrundlagen 215
Cholin, Bestimmung in Diätsalz 318
Chrom, Bestimmung 142, 358, 455; spektrophotometrische Bestimmung kleiner Mengen nach chromatographischer Trennung 150; coulometrische Titration 305; chelatometrische Bestimmung neben Eisen und Aluminium 248; Bestimmung in Whisky 450; in verschiedenen Legierungen 384; in Cer-Uran-Chromlegierungen 202; Serienbestimmung im Stahl 58
Chrom(III), Trennung von Eisen(III) und Aluminium 254
Chromat, Reaktion mit verschiedenen Komplexbildnern 443
Chromate, Infrarotspektren 285
Chromatographie in der qualitativen Analyse 285; siehe auch Gaschromatographie, Papierchromatographie, sowie Säulenchromatographie
Chromazurol S, Indicator zur komplexometrischen Eisen(III)-bestimmung 306
Chrom-Cer-Uranlegierungen, Bestimmung von Cer und Chrom 202
Chromlegierungen, Bestimmung von Aluminium 383; von Niob und Wolfram 382
Chromotropsäure bei der Bestimmung von Titan 442
Chrysen, Nachweis in Luft 379; Bestimmung in Gasöl 42
Citrat, Einfluß auf die chelatometrische Bestimmung von Eisen(III) 252; Bestimmung von Orthophosphat neben Citrat 145
Citronensäure, Bestimmung in Diätsalz 318; Störung bei cerimetrischen Titrationen 428
Citrullin, Bestimmung 286
Cocain, Bestimmung 218
Coffein, Bestimmung in Gemischen 220; maßanalytische Bestimmung in Kaffeeaufgüssen 453; Bestimmung von Amphetaminsulfat neben Coffein 217
Collidine, Retentionsvolumina 316
Colorimetrie, Küvette geringer Schichtdicke für Routinemessungen 362
Copolymerisate, siehe Vinylchlorid-Vinylacetat-Copolymerisate
Cornecain, Bestimmung 218
Coulometrie, Übersicht 37
Crackkatalysatoren, Bestimmung von Nickelverunreinigungen 206
Curarealkaloide, Bestimmung in Strychnos-Drogen 232
Curcuminmethode zur Bestimmung von Bor in Uran und Graphit 458
Cyan, Infrarotabsorption 116
Cyanid, elektrophoretische Wanderung der Komplexe 37; gasometrische Bestimmung 46; Titration mit Nickelsalzlösung 140; Bestimmung mit Jodmonochlorid 359
Cyanoferrat(II) zur Titration von Zink und Kupfer 437
Cyanoferrat(III) zur Oxydation von Selenit in alkalischer Lösung in Gegenwart von Osmiumtetroxyd als Katalysator 273; zur oxydimetrischen Bestimmung von Thiosulfat 105; zur Bestimmung von Kobalt in Gegenwart von Aminoessigsäure 307
Cyanwasserstoff, Infrarotabsorption 116
Cycloalkane, gaschromatographische Bestimmung 119
Cyclobarbital, Bestimmung 218
Cyclobarbitalcalcium, Bestimmung 218
Cyclohexan, gaschromatographische Trennung von Benzol 36
Cyclopropan, Infrarotabsorption 116
Cystein, polarographische Bestimmung 398
Cysteinsäure, Bestimmung 286

Cystin, papierelektrophoretische Bestimmung 396; polarographische Bestimmung 398; Halbmikrobestimmung von Schwefel 311

Desinfektionsmittel, polarographische Bestimmung 214
Deuterium, massenspektrometrische Bestimmung in verschiedenen Verbindungen 42
Deuteriumaustauschmethode zur Bestimmung von Hydrogenase 78
Diäthazin, Bestimmung 223
N-(2′-Diäthylamino-äthyl)-phenothiazin, Bestimmung 223
N-(2′-Diäthylaminoäthyl)-phenothiazinhydrochlorid, Bestimmung 224
N-(2′-Diäthylamino-2′-methyläthyl)-phenothiazin, Bestimmung 223
Diäthyldithiocarbaminat zur mikroheterometrischen Bestimmung von Zink 456
Diäthylenglykol, Infrarotabsorption neben Äthylenglykol in wäßriger Lösung 117
Diätsalz, Analysen und Beurteilung 318
Dial, Identifizierung 218
Dialkylsulfide, Identifizierung 308
Diaminodiphenylsulfone, Verwendung in der anorganischen Analyse 130
Diantipyryl-o-hydroxyphenylmethan zum Kristallnachweis von Titan 443
Diazomethan, Infrarotabsorption 116
Dibenzothiophene, Bestimmung im Gasöl 42
Dibrompyrogallolsulfophthalein, Reaktion mit Silber 435
1,1-Dichloräthan, Infrarotabsorption 116
1,2-Dichloräthan, Infrarotabsorption 116
Dichromat, spektrophotometrische Titration mit Eisen(II) 362; potentiometrische Titration 124
Digitalis purpurea, Technik der Extration von Drogen 225; papierchromatographische Trennung der Glykoside aus Blättern 225
Digitalisdrogen, Wertbestimmung 226
Digitalisglykoside, Technik der Extraktion von Drogen 225
Digitoxin, Wertbestimmung 226
o-Dihydroxylgruppen, Nachweis in Flavonverbindungen 315
5,7-Dihydroxy-4-methylcumarin, Fluorescenzindicator 123
1,8-Dihydroxynaphthalin bei der Bestimmung von Titan 442
Dihydroxypropyltheophyllin, Bestimmung in pharmazeutischen Zubereitungen 226
Dimenhydrinat, Bestimmung 228; in Tabletten 229
Dimethyläther, Infrarotabsorption 116
Dimethylamin, Infrarotabsorption 116
4′-Dimethylaminobenzalrhodanin, Verwendung als Indicator für Titrationen in wasserfreier Essigsäure 293
N-(2′-Dimethylamino-2′-methyläthyl)-phenothiazin, Bestimmung 223
4-Dimethylamino-4′-nitrostilben, Verwendung als Indicator für Titrationen in wasserfreier Essigsäure 293
N-(3′-Dimethylamino-propyl)-3-chlorphenothiazin[-hydrochlorid], Bestimmung 223, 224
4-Dimethylamino-4′-sulfamylazobenzol, Verwendung als Indicator für Titrationen in wasserfreier Essigsäure 293
Dimethylglyoxim bei der chromatographischen Trennung von Kobalt und Nickel 308
Dimethylhydrazin, Infrarotabsorption 116
0,0-Dimethyl-2,2,2-trichlor-1-hydroxy-äthyl-phosphonat, Bestimmung in Insecticiden 76
Dinaphthenbenzole, Bestimmung im Gasöl 42
Dinatriumhydrogenphosphat-Natronlauge, Puffergemisch zur Einstellung von p_H-Werten 122
Dinatriumphenylphosphat, Bestimmung von Orthophosphat neben Dinatriumphenylphosphat 145
Dinatriumphosphat, Infrarot-Absorptionsspektrum 242
2,4-Dinitrophenylhydrazone von Aldehyden und Ketonen, chromatographische Trennung aus dem Tabakrauch 212
Dioxan, Infrarotabsorption in wäßriger Lösung 117
Diphenhydramin, Bestimmung des Gehaltes in Dimenhydrinat 228
sym.-Diphenylcarbazid, beständige Lösung des Indicators 293
Diphenylhydantoin, Bestimmung im Blut 392
Diphenylthioharnstoff zur Trennung von Osmium und Ruthenium 420
Dipikrylamin, Hochfrequenztitration 122
Dipivaloylmethan zur Trennung des Lithiums von Kalium und Natrium 432
Dipterex, Bestimmung in Insecticiden 76
Distickstoffmonoxyd, Infrarotabsorption 117
Divascol, Bestimmung 226

Dolomit, komplexometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium 63
Drogen, Bestimmung von Feuchtigkeit 214; von Strychnin und Brucin 232; papierchromatographische Abtrennung und colorimetrische Bestimmung von Santonin 224
Düngemittel, spektrochemische Bestimmung von Spurenelementen 340; Bestimmung von Kalium 386; von Zink 386
Düngemittelanalyse, automatische Pipette 385
Düsenöle, Bestimmung von gelöstem Sauerstoff 207
Dulcin, papierchromatographischer Nachweis 454
Duolite C-3, bei der Bestimmung von Caesium neben anderen Alkalimetallen 295

Edelmetalle, Bestimmung durch Ionenaustauscher 296
Eidotter, Bestimmung in Emulsionslikören 364
Einführung in die Lebensmittelchemie. 4. Aufl. (Beythien-Heimann) 317 [L]
Einleitung in die chemische Analyse (Goehring) 114 [L]
Eisen, Farbreaktion 127; R_f-Werte von Anionenverbindungen 89; papierelektrophoretisches Verhalten 186, 190, 192; elektrophoretische Wanderung von Komplexionen 37; Bestimmung 358, 455; mikrochemische Bestimmung 203; spektrochemische Bestimmung 31; maßanalytische Bestimmung mit Tripolyphosphatlösungen 306; Bestimmung mit Kojisäure als Indicator 153; Trennung von verschiedenen Metallen 190, 192; von Beryllium 435/36; von Ga, Zn und Cu 439; Abtrennung des Phosphations 301; Bestimmung von Mikromengen neben Titan und Aluminium 299; chelatometrische Bestimmung neben Chrom und Aluminium 248; Bestimmung in Gegenwart von Molybdän und Vanadium 154; Bestimmung in Silicaten 60; Bewertung eines Analysenverfahrens in Zinkblenden 461; Bestimmung in Zinksulfid 67; spektralanalytische Bestimmung in technischen Produkten 65; Bestimmung in Phosphatierungsmitteln 58; massenspektrometrischer Nachweis in Kupfer 42; Bestimmung in Hiduminium 29; in Titanschwamm, Titanlegierungen und Titanerzen 381; in Zirkonium 457; in Uran 30; in Mineralöl 31; im Serum 390; der Serum-Eisenbindungskapazität 391; Maskierung bei der Wasserhärtebestimmung 291; Entfernung bei der Bestimmung von Magnesium in Elektrolytnickel 206; Störung beim Thalliumnachweis 440; Einfluß auf die Bestimmung von Zinn in Messing und Bronze 201; Störung bei der Bestimmung von Titan mit 8-Hydroxychinaldin 299; Bestimmung von Aluminium 53, 359; von Silicium und Phosphor 54; von Zinn in Roheisen 56; von Stickstoff in Eisen 203; von Arsen in Pharmaceuticis neben Eisen 215; siehe auch Roheisen
Eisen(II), Induktor in der Cerimetrie 336, 428; spektrophotometrische Titration mit Dichromat 362; mit Permanganat 362
Eisen(III), Reaktion mit Parafuchsinhexaessigsäure 128; Anwendung von Triphenylmethanfarbstoffen als Indicatoren zur chelatometrischen Titration 306; Komplexreaktionen 442; Reaktion mit Kupferronanalogen von Tetralin 129; Bestimmung 129; Titration mit Uran(IV)-lösung 124; Trennung von Aluminium und Chorm(III) 254; Störung beim Silbernachweis 435
Eisen(II)-äthylendiaminsulfat als Maßlösung 125
Eisen(III)-chlorid, Titration mit ÄDTA in Anwesenheit verschiedener Anionen 251
Eisenerze, Bestimmung von Aluminium 463; von Aluminium und Silicium 63; von Zinn 56
Eisenlegierungen, Bestimmung von Cer, Mangan und Chrom 384; von Vanadium 57; von Niob und Wolfram 382
Eisenmetalle, Bestimmung von Silicium 460
Eisenoxyd, Bestimmung von Sauerstoff 59
Eisen(III)-perchloratlösungen, Absorptionsspektren 154
Eisen(III)-salzlösungen als Maßlösungen in der Amperometrie 41
Eisensulfatokomplex, Absorption 154
Eisen-Weinsäure-Alkalihydroxyd, Lösungsmittel für Cellulose 209
Eisen-Zinkverbindungen, Isolierung intermetallischer Verbindungen 203
Eiweiß, Bestimmung 397; spektrophotometrische Bestimmung 394; elektrophoretische Bestimmung 397

Eiweißstoffe, polarographische Untersuchung 398
Elektroanalyse, Einfluß der Temperatur auf die Geschwindigkeit 38
Elektrochemische Analyse, Übersicht 37
Elektroden, Glaselektrode zur p_H-Messung in stark alkalischer Lösung 361; neue Bezugselektroden in der Polarographie 38; Vermeidung von Stromschwankungen an der Quecksilbertropfelektrode 39; Gerät zur Bestimmung der Tropfzeit von Quecksilbertropfelektroden 39; Verwendung ruhender Quecksilberelektroden in der Polarographie 40; Trennung von Lanthaniden an Amalgamelektroden 298; Bestimmung von Permanganat an der Hg-Tropfelektrode 305
Elektrodeneffekte bei konduktometrischen Analysen 38
Elektrolyse, Übersicht 37
Elektrolytnickel, Bestimmung von Magnesium 205
Elektronenabsorption zur qualitativen und quantitativen Analyse 109
Elektronenbeugung zur Analyse fester Gemische 16
Elektrophorese, Zonenelektrophorese 120; Glasfaserpapier zur Trennung von Kohlenhydraten 312; zur Bestimmung von Eiweißbestandteilen 397; siehe auch Papierelektrophorese, sowie Rundfilterelektrophorese
Elementaranalyse, photometrische Bestimmung von Zinn in organischem Material 49
Emulsionsliköre, siehe Liköre
Endpunkt, Erkennung bei jodometrischen Titrationen 123
Eosin, Extraktion und Identifizierung in Lebensmitteln 449
Ephedrin, Bestimmung in Kalium-Guajacolsulfonatsirup 217; Verteilung von Bromthymolblau zwischen Wasser und Chloroform in Gegenwart von Ephedrin 217
Epichlorhydrin, Bestimmung in Luft 378
Epsilonblau, Färbung bei verschiedenen p_H-Werten 282
Erdalkalien, spektralphotometrische Bestimmung mit Murexid, Eriochromschwarz T und o-Kresolphthaleinkomplexon 135; papierchromatographische Trennung 136
Erdalkalisalze, Bestimmung von Barium und Sulfat neben Erdalkalisalzen 447
Erdöl, massenspektrometrische Bestimmung ungesättigter Bestandteile 42
Erdölcrackkatalysatoren, Bestimmung von Nickelverunreinigungen 206
Eriochrom-Blauschwarz R, Zinkkomplex als Indicator in der Chelatometrie 292
Eriochromcyanin R, Indicator zur komplexometrischen Eisen(III)-bestimmung 306
Eriochromgeranol R, Indicator zur komplexometrischen Eisen(III)-bestimmung 306
Eriochromschwarz T zur spektralphotometrischen Bestimmung von Erdalkalien 135
Erythrosin, Extraktion und Identifizierung in Lebensmitteln 449
Erze, Bestimmung von Lithium 60; kleiner Zinnmengen 62; von Phosphat 462; von Arsen 62, 464; von Arsen in antimonfreien Erzen 464; von Kobalt mit Cyanoferrat(III) in Gegenwart von Aminoessigsäure 307; siehe auch Eisenerze
Essig, potentiometrische Untersuchung 317
Essigsäure, Infrarotabsorption 116; spektrophotometrische Titration mit Natronlauge 362; Bestimmung in Diätsalz 318; in Silofutter 213
Ester, gaschromatographische Bestimmung 119
Ethaminal-Natrium, Identifizierung 218
Ethopropazin, Bestimmung 223
Europium, Reinigung 298; Abtrennung an Amalgamelektroden 298
Experimentelle Einführung in die anorganische Chemie (Biltz-Klemm-Fischer) 132 [L]
Exsiccatoren, Abkühlungszeit von Porzellantiegeln 361

Fällungsmethode zur Bestimmung von Alkalihydroxyden neben Alkalicarbonaten 194
Färberei- und textilchemische Untersuchungen (Heermann-Agster) 200 [L]
Falicain, Bestimmung 218
Farben, Analyse der Körperfarben (Stock) 200 [L]
Farbindicatoren, zur Bestimmung des Ionen-Typs capillaraktiver Stoffe 356
Farbstoffe, Bindung an Proteine bei der Papierelektrophorese 289; Extraktion und Identifizierung in Lebensmitteln 449; Unterscheidung und Identifizierung in Rotweinen 449
Fayalith, Bestimmung von Phosphat 463

Ferrochrom, Bestimmung von Phosphor in niedrig gekohltem Ferrochrom 459
Ferrolegierungen, Bestimmung von Arsen in salpetersäurebeständigen Ferrolegierungen 464
Ferrowolfram, Bestimmung von Silicium 382; von Wolfram 457
Fette, Molekularrefraktion als analytische Konstante 1; histochemische Ultraviolettreaktion auf ungesättigte Fette 238; potentiometrische Untersuchung 317; Kennzeichnung der Oxydationsbereitschaft ungesättigter Fette 451; Bestimmung in Likören 365; Bestimmung von Fremdfett in Kakaoerzeugnissen 453
Fettperoxyde, Bestimmung mit Thiofluorescein 158
Fettsäuren, Bestimmung im Hauttalg 391; Nachweis flüchtiger Fettsäuren in zersetztem Fisch 373; Bestimmung von Tocopherol in Methylestern 374
Fettseifen, Bestimmung 70, 71
Feuchtigkeit, Bestimmung in Äthylacetat 68; in Stärkeproben 366; in pflanzlichen Drogen 214
Fibrin, einfache volumetrische Bestimmung 394
Fibrinogen, Bestimmungsmethoden 400; Bestimmung durch Invertseifentitration 398; Bestimmung im Blutplasma 399
Filtrierpapier, siehe Papier
Fische, Nachweis von Zersetzungsprodukten 373
Fischer-Titration, zur Bestimmung von Wasser 126
Fischindustrie, Bestimmung von Konservierungsmitteln in Erzeugnissen 454
Fischöl, Peroxyd-Indicator-Test 451
Flaviansäurelösung, Maßlösung in der Amperometrie 41
Flavonverbindungen, Nachweis von o-Dihydroxylgruppen 315
Fleisch, Analyse von frischem Fleisch 373; Extraktion und Identifizierung von Farbstoffen 448
Fluor, indirekte Bestimmung 304; Bestimmung in unreinem Kaliumhydrogenfluorid 66; in Tetrafluoboraten 66
Fluoranthen, Nachweis in Luft 379
Fluorescenzindicatoren, siehe Indicatoren
Fluorid, Einfluß auf die chelatometrische Bestimmung von Eisen(III) 252; Trennung und Bestimmung in radioaktiven Substanzen 304; Bestimmung von Orthophosphat neben Fluorid 145
Fluorocurin, Bestimmung 233
Fluorothen, Gebrauch im chemischen Laboratorium 131
Formaldehyd, Infrarotabsorption 116; Bestimmung in Photorohpapieren 71
Formiat, Einfluß auf die chelatometrische Bestimmung von Eisen(III) 252
Fraktionssammler, photoelektrischer-Fraktionssammler für die Säulenchromatographie 118
Fremdfett, siehe Fett
Fremdionen, Einfluß auf die chelatometrische Bestimmung von Eisen(III) 252
Fruchtsäfte, potentiometrische Untersuchung 317
Fungicide, Bestimmung von Quecksilber 74, 75
α-Furilmonoxim zur colorimetrischen Bestimmung von Kobalt 306
2-Furoyltrifluoraceton, als analytisches Reagens 129
Fuselöle, Bestimmung in alkoholischen Destillaten 451
Futter, Bestimmung von Essig- und Buttersäure in Silofutter 213

Gadolinium, Trennung von Samarium 298
Galaktose, papierchromatographische Bestimmung 313; Bedeutung des Nachweises bei der Identifizierung von Quellstoffen 320
Galenische Präparate von Benzathin-Benzylpenicillin, Wertbestimmung 234
Gallium, Bestimmung 455; polarographische Bestimmung 439; in Gegenwart von Salicylsäure 439; amperometrische Bestimmung 41; chelatometrische Bestimmung 357; chromatographische Trennung von Zink und anderen Metallen 439; Bestimmung in Germanium und Germaniumdioxyd 47; in Kohlenaschen 69
Gallussäure bei der Bestimmung von Titan 442; chromatographische Abtrennung 315
Galvanische Bäder, Bestimmung von Kupfer 381
Gammastrahlenspektroskopie zur radiochemischen Analyse 42
Gaschromatographie, Theorie der Entwicklungs-Verteilungs-Gaschromatographie 36; Abhängigkeit der Trennungwirkung von der stationären Phase 36; Adsorptionschromatographie zur Trennung verschiedener Gase 119; Gerät zur Trennung hochsiedender Mischungen 36; Analyse

unter Verwendung von zwei Säulen 119;
Gase, Infrarotabsorption 116; Bestimmung der Dichte kleiner Mengen 295; Trennung durch Gasadsorptionschromatographie 119; polarographische Bestimmung kleiner Sauerstoffgehalte 40; von Schwefel in Petroleumgasen 207; siehe auch Atmungsgase
Gasöl, massenspektrometrische Bestimmung aromatischer Bestandteile 42
Gasometrische Titrationen, Apparatur 45
Gefügebestandteile, Bestimmung im Stahl 51
Gehirnextrakte, Analyse radioaktiver Phosphate 237
Gelatine, Bestimmung von Hydroxyprolin 208
Gerbereichemisches Taschenbuch (Küntzel) 199 [L]
Gerbstoffe, Trocknung 364; Bestimmung durch colorimetrische Agglutinationsmethode 216
Gerbstoffextrakte, Trocknung 364
Germanium, polarographische Bestimmung 141; Bestimmung von Gallium und Indium 47
Germaniumdioxyd, Bestimmung von Gallium und Indium 47
Gesamtalkali, flammenphotometrische Bestimmung in Sulfatablaugen 66
Gesteine, Bestimmung von Lithium, Rubidium und Caesium 461; Einfluß der Zusammensetzung auf die Molybdänbestimmung in Granitoiden 61
Getreide, Bestimmung von Calcium und Magnesium 366; von α-Amylase 368
Gewebe, Bestimmung von Glutathion 393
Gewebefiltrate, Vorbereitung zur Glutathionbestimmung 393
Gewürze, Bestimmung flüchtiger Öle 452
Gitoxin, Wertbestimmung 226
Gläser, Bestimmung von Arsen 464
Glaselektrode, potentiometrische p_H-Messung in alkalischer Lösung 361
Glaserit, Bestimmung in Weißpigmenten 388
Glasfaserpapier zur elektrophoretischen Trennung von Kohlenhydraten 312
Globuline, papierelektrophoretische Bestimmung 397
Glucose, papierchromatographische Bestimmung 313; Bestimmung im Honig 365/366; Bedeutung des Nachweises bei der Identifizierung von Quellstoffen 320
Glucosephosphate, Bestimmung von Orthophosphat neben Glucose-1- und -6-phosphat 145
β-Glucosidase, spektrophotometrische Bestimmung 79
Glucuronide, Trennung von Harnketosteroiden 240
Glührückstand, Bestimmung in Phosphatierungsmitteln 58
Glutamin, Bestimmung 286
Glutaminsäure, Bestimmung 286
Glutaminsäure-Brenztraubensäure-Transaminase, Bestimmung im Plasma 79
Glutaminsäure-Oxalessigsäure-Transaminase, Bestimmung im Plasma 79
Glutathion, Bestimmung in Blut und Gewebe 393
Glycin, papierelektrophoretische Bestimmung 396; bei der Bestimmung von Kobalt mit Cyanoferrat(III) 307
Glykol-Phenolgemisch bei der Titration von organischen Basen 314
Gold, Farbreaktion 127; Bestimmung durch Ionenaustauscher 296; Entfernung bei der Bestimmung von Magnesium in Elektrolytnickel 206
Granitoide, Einfluß der Zusammensetzung auf die Molybdänbestimmung 61
Graphit, Bestimmung von Borspuren 458
Grundriß der technischen Chemie (Kröger) 200 [L]
Guajacol zum Nachweis geringer Mengen von Vanadium 303; Reaktion mit verschiedenen Metallen 443
Guajacolsirup, Bestimmung von Ephedrin in Kaliumguajacolsulfonatsirup 217
Guiacurarin III, Bestimmung 233
Guianin, Bestimmung 233
Gummi arabicum, Identifizierung 320

Härte, chelatometrische Bestimmung in Wasser 291; mit neuem Indicator 292
Hafnium, Farbreaktion 127
Halogenationen, Störung bei der Bestimmung von Nitrat 444
Halogenide, Bestimmung von Jodid in Gegenwart anderer Halogenide 448
Halogenverbindungen, papierchromatographische Bestimmung 309
Handbuch der analytischen Chemie, Bd. Ib, II, IVα β, IVb, Va/b, VIIIbα IX. (Fresenius-Jander) 112 [L]
Handbuch der anorganischen Chemie (Gmelin), System-Nr. 32. Zink 131 [L]
Handbuch der chemischen Untersuchung der Textilfaserstoffe (Ulrich) 377 [L]

Handbuch der landwirtschaftlichen Versuchs- und Untersuchungsmethodik (Hermann) 199 [L]
Handbuch der Werkstoffprüfung (Siebel) 375 [L]
Harn, Sammeln für die Bestimmung von Ammoniak 389; Bestimmung von Chlorid 390; von δ-Aminolävulinsäure und Porphobilinogen 392; siehe auch Urin
Harn-Ketosteroide, Trennung von Glucuroniden 240
Harz, Bestimmung des Gehaltes in Kunststoffolien 74
Hauttalg, Bestimmung der Fettsäurekomponenten 391
Heizschrank, Aufbau und Verwendung 363
n-Heptan, Trennung von Methylcyclohexan 36
Heteroside, papierchromatographische Identifizierung blausäurehaltiger Heteroside 233
Hexabromstearinsäure, analytische Bestimmung 310
Hexacyanoferrat(III), Titration mit Uran(IV)-lösung 124
Hexamethylentetramin, Bestimmung 216; in fischindustriellen Erzeugnissen 454
Hexanitrodiphenylamin, Reagens auf Pyridin 68
Hexenal, Identifizierung 218
Hexosen, Bestimmung eiweißgebundener Hexosen 397
Hiduminium, spektrochemische Analyse 29
Histamin, Nachweis in zersetztem Fisch 373
Hochalkali-Glaselektrode zur p_H-Messung in stark alkalischen Lösungen 361
Hochfrequenzmessungen zur Wasserbestimmung 295
Hochfrequenztitrationen mit neuem Hochfrequenztitrimeter 121; verschiedene Beispiele 122
Holzöl, Peroxyd-Indicator-Test 452
Honig, potentiometrische Untersuchung 317; Bestimmung von Wasser 365; von Zucker 365; Nachweis und Bestimmung von Oxymethylfurfurol 451
Hormone, polarographische Bestimmung 214
Hostacain, Bestimmung 218
Hybridenweine, Identifizierung von Farbstoffen 449
Hydrazin zur Reduktion von Rhenium 447; Infrarotabsorption 116; Bestimmung mit Jodmonochlorid 360
Hydrazinsulfat, Studie über die Säure- und Reduktionsfunktionen durch Titration mit Jodid-Jodat 269; Titration mit Lauge 21
Hydrogenase, Vergleich der Bestimmung nach den manometrischen Methoden mit der Deuteriumaustauschmethode 78
Hydrolysate, Bestimmung von Lysin 312
4-Hydroxybenzaldehyd-3-sulfonsäure, Farbreaktion des Natriumsalzes mit Fuselölen 451
8-Hydroxychinaldin zur Bestimmung von Beryllium 134, 135; bei der Extraktion von Titan 299
Hydroxyde, siehe Alkalihydroxyde
Hydroxylamin, Bestimmung mit Jodmonochlorid 360; Bestimmung in Pflanzenstoffen 211
Hydroxylgruppen, siehe o-Dihydroxylgruppen
Hydroxymethylfurfurol, siehe Oxymethylfurfurol
6-Hydroxy-9-phenylfluoron, Fluorescenzindicator 123
Hydroxyprolin, Bestimmung in Gelatine und Kollagen 208
Hydroxytetralonoxime, Reaktionen mit Metallionen 130
1-Hydroxyxanthon, Fluorescenzindicator 123
Hyoscyamin, Bestimmung 230
Hypnotica, polarographische Bestimmung 214
Hypophosphit, Infrarotspektrum 299, 300; R_f-Werte 146; jodometrische Bestimmung 146

Illit, röntgenographische Untersuchung 462
Imine, Hochfrequenztitration 122
Indicatoren, Prüfung von 13 Indicatoren zur Verwendung für Titrationen in wasserfreier Essigsäure 293; Säure-Base-Indicatoren in wasserfreier Essigsäure 293; beste Indicatorkonzentration bei chelatometrischen Titrationen 408; Fluorescenzindicatoren für Neutralisationstitrationen 123; Chemilumineszenzindicator Lophin 356; beständige Lösung des Indicators sym.-Diphenylcarbazid 293; Epsilonblau, Thiazolgelb, Tropäolin 0 als Indicatoren der Kohlendioxydsättigung von Kalilauge 281; Kupfer-PAN-Komplex in der Chelatometrie 357; Zinkkomplex mit Eriochrom-Blauschwarz R, neuer Indicator in der Chelatometrie 292; siehe auch Farbindicatoren

Indigoide zum Borsäurenachweis 438
Indikationsmethode, neue Methode in der Chelatometrie 291
Indium, Bestimmung 455; chelatometrische Bestimmung 357; Bestimmung in Germanium und Germaniumdioxyd 47
Indo-oxin zur Bestimmung von Zink 386; Reagens zur Bestimmung von Thorium 326
Induzierte Reaktionen in der Cerimetrie 336
Infrarotabsorptionsschreiber, stabiles Betriebskontrollinstrument 117
Infrarotabsorptionsspektroskopie wäßriger Lösungen 117
Infrarotspektralanalyse bei Anwendung der Kaliumbromid-Preßtechnik 115
Infrarotspektroskopie, verschiedene Geräte 284
Injektionsflüssigkeiten, Bestimmung von Atropin in Mischungen mit Morphin und Nicotinsäurehydrochlorid 229
Injektionslösungen, Bestimmung von Strychnin 217
Insecticide, Bestimmung von Dipterex 76
Intermetallische Verbindungen, Isolierung von Eisen-Zink-Verbindungen 203
XIV. Internationaler Kongreß für Reine und Angewandte Chemie 115 [L]
An Introduction to Paper Electrophoresis and Related Methods (Lederer) 353 [L]
Invertseifentitration, zur Fibrinogenbestimmung 398
Ionen, siehe anorganische Ionen, sowie Fremdionen und organische Ionen
Ionenaustausch, Papierchromatographie auf mit Ionenaustauscher imprägniertem Papier 288
Ionenaustauscher im Laboratorium und in der Industrie (Schweizerischer Chemikerverband) 29 [L]
Ionentyp, Bestimmung capillaraktiver Stoffe mit Farbindicatoren 356
Isoamylalkohol, Analyse in Mischungen 156
Isobutan, Infrarotabsorption 117; gaschromatographische Abtrennung 119
Isobutylen, gaschromatographische Abtrennung 119
Isochinolin, konduktometrische Titration 121
Isocholesterin, Bestimmung von Estern in Salbengrundlagen 215
Isomaltose, Entfernung von Kieselsäure und anorganischen Ionen aus Lösungen 320
Isomaltotriose, Entfernung von Kieselsäure und anorganischen Ionen aus Lösungen 320
Jod, Oxydation mit Salpetersäure 127; spektrophotometrische Bestimmung in wäßriger Lösung 448; Bestimmung in Vioform 228; katalytische Bestimmung in biologischem Material 390
^{131}Jod zur Bestimmung kleiner Kupfermengen 434
Jodate, Infrarotspektren 285
Jodat-Jodid-Mischung zur Untersuchung einiger Reaktionen von Hydrazinsulfat 269
Jodid, gasometrische Bestimmung 46; Bestimmung neben anderen Halogeniden 448
Jodmonochlorid, Verwendung in der Maßanalyse 359; Katalysator bei der Bestimmung von Arsenit mit Vanadat 180
Jodmonochloridlösung, Herstellung 360
Jodoformreaktion zur Analyse von Vinylverbindungen 155
Jodometrische Titrationen, siehe Titrationen
Jodzahl, Bestimmung im Öl von Pflanzensamen 368
Johannisbrotkernmehl, Identifizierung 320
Kälteagglutinine, Titration nichtspezifischer Kälteagglutinine 238
Käsearten, Nachweis von aliphatischen Säuren 371
Käse-Milchprodukte, Untersuchungsmethoden 371
Kaffee, Warenkunde und Untersuchung (Lindner) 201 [L]
Kaffeeaufgüsse, Bestimmung von Coffein 453
Kaffeebaum, Bestimmung von Stickstoff in Blättern 210
Kaffee-Ersatz- und -Zusatzstoffe, Warenkunde und Untersuchung (Lindner) 201 [L]
Kakao, potentiometrische Untersuchung 317
Kakaoerzeugnisse, Bestimmung von Fremdfett 453
Kalilauge, Indicator für die Kohlendioxydsättigung 281
Kalium, Bestimmung nach Fällung als Tetraphenyloborat 433; Bestimmung in Gegenwart von Ammonium mit Natriumtetraphenyloborat 433; Titration neben Ammonium nach Fällung der Ionen 433; Trennung von Lithium 432; Bestimmung in Diät-

salz 318; gravimetrische Bestimmung in Seewasser als Kaliumtetraphenylborat 379; flammenphotometrische Bestimmung in Mineralwässern 379; in Düngemitteln 386; Bestimmung in Düngemitteln 386; massenspektrometrischer Nachweis in Kupfer 42
Kaliumbromat, Thermostabilität 294; maßanalytische Bestimmung 125; Bestimmung in Mehl 367
Kaliumbromid-Preßtechnik in der Infrarotspektralanalyse 115
Kalium-Calcium-Cyanoferrat(II) bei der Fällung von Kalium und Ammonium 433
Kaliumchlorid, Bestimmung in Weißpigmenten 388
Kaliumchlorid-Natronlauge, Puffergemisch zur Einstellung von p_H-Werten 122
Kaliumdichromat, maßanalytische Bestimmung 125
Kaliumguajacolsulfonatsirup, Bestimmung von Ephedrin 217
Kaliumhexacyanoferrat(III), maßanalytische Bestimmung 125
Kaliumhydrogenfluorid, Bestimmung von Gesamtfluor 66
Kaliumhydrogenjodat, Titration mit Lauge 21
Kaliumjodat, Thermostabilität 294; maßanalytische Bestimmung 125
Kaliumjodatlösung, Maßlösung in der Amperometrie 41
Kaliumjodid, Thermostabilität 294
Kaliumjodidlösung zur Titration von Cadmium 438
Kaliumnitrat, Einfluß auf die chelatometrische Bestimmung von Eisen(III)251
Kaliumpermanganat, Thermostabilität 294; maßanalytische Bestimmung 125
Kaliumpersulfat, maßanalytische Bestimmung 125
Kaliumquecksilberjodid und o-Phenylendiamin zur Bestimmung kleiner Kupfermengen 434
Kaliumsulfat, Bestimmung in Weißpigmenten 388
Kaliumxanthatlösung, Maßlösung in der Amperometrie 41
Kalk, Bestimmung von Calciumoxyd in gebranntem Kalk 64; Bestimmung in Calciumsilicathydraten 64; von freiem Kalk in Portlandzement 64
Kalkstein, komplexometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium 63
Kaltdauerwellpräparate, Nachweis von Thioglykolsäure und Thiomilchsäure 77
Kaolinit, röntgenographische Analyse 462; Trennung von Aluminiumphosphatmineralien 63
Karl-Fischer-Titration zur Bestimmung von Wasser 126
Kartoffelstärke, Herstellung der Linear-Fraktion 360
Kationaktive Stoffe, Bestimmung des Ionen-Typs mit Farbindicatoren 356
Kationen, Farbreagens 127; polarographische Bestimmung in Pharmazeuticis 214
Kationproteine, Elektrophorese auf Filterpapier 239
Kerosin, Bestimmung von gelöstem Sauerstoff 207
Ketone, gaschromatographische Bestimmung 119; papierchromatographische Bestimmung 309; Chromatographie der 2,4-Dinitrophenylhydrazone 212
Ketosteroide, siehe Harnketosteroide
Kieselsäure, Bestimmung in Phosphatierungsmitteln 58; Entfernung aus Lösungen von Isomaltose und Isomaltotriose 320
Kieselsäuren, chromatographische Trennung 141
Kobalt, Farbreaktion 127; Reaktionen mit Pyridin- und Chinolincarbonsäuren 359; $ZnHg(SCN)_4$ als Spurenfänger 355; papierelektrophoretisches Verhalten 186; elektrophoretische Wanderung von Komplexionen 37; Fällung in gepufferter Lösung 359; Bestimmung 129, 130, 358, 455; spektrochemische Bestimmung 347; colorimetrische Bestimmung 306; konduktometrische Titration mit ÄDTA 291; chelatometrische Bestimmung 357; Bestimmung mit Cyanoferrat-(III) in Gegenwart von Glycin 307; Trennung von Eisen 190, 192; chromatographische Trennung von Nickel 308; Bestimmung in Whisky 450; in Zirkonium 457; Entfernung bei der Bestimmung von Magnesium in Elektrolytnickel 206; Reinigung von kleinen Nickelmengen 308; Störung bei der Bestimmung von Titan mit 8-Hydroxychinaldin 299
Kobalt(II)ionen, Reaktion mit Hydroxytetralonoximen 130
Kobaltlegierungen, Bestimmung von Niob und Wolfram 382
Kobaltoxyd, Bestimmung von Sauerstoff 59
Körperfarben, Analyse (Stock) 200 [L]
Kohle, Bestimmung von Uran in Kolm 63

Kohlenaschen, Bestimmung von Gallium 69
Kohlendioxyd, Infrarotabsorption 117; gaschromatographische Abtrennung 119; Bestimmung im Blut 389
Kohlendioxydsättigung der Kalilauge, Bestimmung 281
Kohlenhydrate, elektrophoretische Trennung an Glasfaserpapier 312
Kohlenmonoxyd, Infrarotabsorption 117; gaschromatographische Abtrennung 119
Kohlenstoff, Bestimmung in Zirkonium 457
Kohlenwasserstoffe, gaschromatographische Untersuchung 119; Abhängigkeit der Trennwirkung in der Gaschromatographie von der stationären Phase 36; Bestimmung von gelöstem Sauerstoff 207; kleiner Phenolmengen 208
Kojisäure als Indicator zur komplexometrischen Eisenbestimmung 153
Kollagen, Bestimmung von Hydroxyprolin 208
Kolm, Bestimmung von Uran 63
Komplexchemische Verdrängungsreaktionen bei der polarographischen Analyse 169
Komplexionen, Wanderung in der Papierelektrophorese 37
Komplexometrische Titration (Schwarzenbach) 355 [L]
Komplexometrische Titrationen, Überblick 290; Theorie der visuellen Endpunktsbestimmung 401; neue Indikationsmethode 291; siehe auch Chelatometrie
Komplexone, Anwendung in der analytischen Chemie 128; Einführung neuer chelatbildender Mittel 128
Konduktometrie, Übersicht 37; Elektrodeneffekte 38; Titrationen unter Anwendung von Gleichstrom 290; Verbesserung des Äquivalenzpunktes 38
Kongorot als Indicator zur Bestimmung von Phenothiazinderivaten 224
Konservierungsmittel, Azofarbstoffe als Indicatoren für den Nachweis 454; papierchromatographischer Nachweis 454; Bestimmung in fischindustriellen Erzeugnissen 454; potentiometrische Bestimmung von Benzoesäure 317
Korrosionstabellen nichtmetallischer Werkstoffe, geordnet nach angreifenden Stoffen (Ritter) 375 [L]
Kosmetische Präparate, Identifizierung von Thioglykolsäure und Thiomilchsäure 78
Kreide, Bestimmung in Mehl 367
Kresol, Gehaltsbestimmung des rohen Kresols 219
Kresole, chromatographische Abtrennung 315
o-Kresolphthaleinkomplexon zur spektralphotometrischen Bestimmung von Erdalkalien 135
m-Kresotinsäure, Reaktion mit verschiedenen Metallen 443
Küvette geringer Schichtdicke für colorimetrische Routinemessungen 362
Kunstharzfolien, Bestimmung des Harzgehaltes 74
Kunsthonig, Nachweis und Bestimmung von Oxymethylfurfurol 451
Kupfer, Farbreaktion 127; Reaktion mit verschiedenen Kemplexbildnern 443; mit Kupferronanalogen von Tetralin 129; mit Pyridin- und Chinolincarbonsäuren 359; $ZnHg(SCN)_4$ als Spurenfänger 355; papierelektrophoretisches Verhalten 186; elektrophoretische Wanderung von Komplexionen 37; Fällung in gepufferter Lösung 359; chromatographischer Nachweis 285; Nachweis radioaktiver Isotope 43; Bestimmung 129, 358, 455; mikrochemische Bestimmung 203; spektrochemische Bestimmung 347; konduktometrische Bestimmung 132; konduktometrische Titration mit ÄDTA 291; Bestimmung mit Hilfe des radioaktiven Isotops ^{131}J 434; komplexometrische Bestimmung von Mikrogramm-Mengen 434; Bestimmung mit 2-Furoyltrifluoraceton 129; gemeinsame Bestimmung mit Zink 437; Abtrennung des Berylliums 435; Trennung von Ga, Zn und Fe 439; von Eisen 190, 192; Bestimmung in Legierungen 380; in Phosphatierungsmitteln 59; in Aluminiumoxyd 30; in Hiduminium 29; in Zirkonium 457; in Uran 30; in Mineralöl 31; in Pflanzenasche 211; Maskierung bei der Wasserhärtebestimmung 291; Störung beim Thalliumnachweis 440; bei der Bestimmung von Titan mit 8-Hydroxychinaldin 299; Entfernung bei der Bestimmung von Magnesium in Elektrolytnickel 206; massenspektrometrischer Nachweis verschiedener Elemente 42; Nachweis von Cadmium neben Kupfer 138; Bestimmung von Cadmium neben Kupfer 359
Kupfer-ÄDTA-Lösung, Herstellung 357

Kupfer-Aluminiumlegierungen, Bestimmung von Kupfer 381
Kupfer(II)-ionen, Reaktion mit Hydroxytetralonoximen 130
Kupferlegierungen, Bestimmung von Zinn 142
Kupferoxinat, Titration in Eisessiglösung 361
Kupferoxyd, Bestimmung von Sauerstoff 59
Kupfer-PAN-Komplex als Indicator in der Chelatometrie 357
Kupferron, zur Bestimmung von Titan 142
Kupferronanaloge von Tetralin als analytische Reagentien 129
Kupfersalze, Schnellbestimmung von Nickel 67
Kupfersulfat, Einfluß der Temperatur auf die Geschwindigkeit der Elektrolyse 38
Kwalitatieve Chemische Analyse (van Nieuwenburg und van Ligten) 113 [L]

Lackrohstoffe, Identifizierung von Polyolen 73
Lactobacillus leichmannii zur mikrobiologischen Bestimmung von Vitamin B_{12} 374
Lactose, Bestimmung in konzentrierten Molkeprodukten 371
Landwirtschaftliche Versuchs- und Untersuchungsmethoden (Hermann) 199 [L]
Lanthan, Reaktion mit Parafuchsinhexaessigsäure 128; Bestimmung 358; chelatometrische Bestimmung mit Xylenorange als Indicator 292
Lanthanide, Trennung an Amalgamelektroden 298
Latibon, Bestimmung 224
Lebensmittel, acidimetrische Untersuchung 317; Bestimmung von Calcium und Magnesium 366; von Phosphorsäure 318; Extraktion und Identifizierung synthetischer Farbstoffe 449; Identifizierung von Quellstoffen 319; Nachweis von Chloramin T 320
Lebensmittelanalytik, potentiometrische Titrationen 317
Lebensmittelchemie, Einführung. 4. Aufl. (Beythien-Heimann) 317 [L]
Leber, Bestimmung von Glutathion 393
Lecithin, Rückgang in der Mayonnaise 372
Leder, Trocknung 364
Legierungen, Bestimmung von Kupfer 380; Analysengang zur Bestimmung von Zink bzw. Kupfer 438; gemeinsame Bestimmung von Cadmium und Zink 438; Bestimmung von Cadmium neben Aluminium, Zink und Mangan 438; spanlose Bestimmung von Phosphor 384; Bestimmung von Phosphor in wolfram-, titan- und niobhaltigen Legierungen 382; von Niob und Wolfram 382; von Kobalt mit Hilfe von Cyanoferrat(III) und Aminoessigsäure 307; siehe auch Aluminiumlegierungen, sowie Chromlegierungen, Eisenlegierungen, Magnesiumlegierungen, Nickellegierungen und Wolframlegierungen
Leinöl, Peroxy-Indicator-Test 452
Leitfaden der Chemie für medizinische Berufe (Büchner-Schöne) 236 [L]
Leucin, Bestimmung 286
Liköre, Bestimmung des Eidottergehaltes in Emulsionslikören 364
Linear-Fraktion der Kartoffelstärke, Herstellung 360
Linolensäure, papierchromatographische Bestimmung 392; Bestimmung von Tocopherol im Methylester 374
Linolsäure, papierchromatographische Bestimmung 392; Bestimmung von Tocopherol im Methylester 374
Lipoide, quantitative Papierchromatographie 392
Liquor cerebrospinalis, Bestimmung von Chlorid 389
Lithium, Trennung von Kalium und Natrium 432; Bestimmung in Gesteinen 461; in Erzen 60; in Magnesium-Lithium-Zink-Legierungen 456
Lithium-Zink-Magnesium-Legierungen, Bestimmung von Lithium 456
Lösungen, Ultraviolettabsorption wäßriger, durch Papierfilter filtrierter Lösungen 115; Verwendung organischer Mitfällungsmittel zur Untersuchung verdünnter Lösungen 125
Lösungsanalyse, spektrochemische Lösungsanalyse 30
Lösungsmittel, Bestimmung von Mineralölen in Lösungsmitteln 206
Lokalanaesthetica, polarographische Bestimmung 214; mit freier Aminogruppe, Bestimmung 217
Loparitkonzentrate, Bestimmung von Phosphat 462
Lophin, neuer Chemilumineszenzindicator 356
Lorentz-Lorenz-Ausdruck als analytische Konstante für Fette und Öle 1
Luft, Bestimmung von Stickoxyden 377; von Tetrachlorkohlenstoff und Äthy-

lendichlorid 378; automatische Kontrolle des Schwefelkohlenstoffgehaltes 377; Bestimmung von Epichlorhydrin 378; Nachweis von Pyren, Fluoranthen, Benzanthracen, Chrysen und Benzpyren 379
Luminal, Identifizierung 218
Luminalnatrium, Identifizierung 218
Lutidine, Retentionsvolumina 316
Lysin, Bestimmung 286; papierelektrophoretische Bestimmung 396; Bestimmung in Hydrolysaten 312

Magermilchpulver, Bestimmung in Brot 368; Bestimmung des Milchzuckers 371
Magnesium, Farbreaktion mit Azochromotropfarbstoffen 358; Nachweis mit p-Nitrobenzolazochromotropsäure 358; Bestimmung 358, 455; Mikrobestimmung 358; spektrochemische Lösungsbestimmung 31; spektralphotometrische Bestimmung 136; konduktometrische Titration mit ÄDTA 291; Vereinfachung der komplexometrischen Titration 436; optische Endpunktsbestimmung bei der komplexometrischen Bestimmung 332; Trennung von Calcium 137; von Calcium und Strontium 137; Bestimmung neben Calcium 359; Bestimmung in Lebensmitteln 366; in Diätsalz 318; in Silicaten 60; in Dolomit und Kalkstein 63; in technischen Produkten 65; in basischen Schlacken 65; in Hiduminium 29; in Elektrolytnickel 205; Bestimmung des Oxyds in Metall 46; von wenig Calcium neben viel Magnesium 436
Magnesiumlegierungen, Bestimmung von Kupfer 381; von Zink 438; von Aluminium 383; von Cer 297; von Thorium in zirkoniumhaltigen Legierungen 258
Magnesium-Lithium-Zink-Legierungen, Bestimmung von Lithium 456
Magnesiumoxyd, Bestimmung im Kalk 64; in Magnesiummetall 46
Mahlprodukte, Bestimmung von α-Amylase 368
Malonsäure, Hochfrequenztitration 122
Maltose, Bestimmung im Honig 366
Mandelsäure, massenspektrometrische Bestimmung von Deuterium 42; Störung bei cerimetrischen Titrationen 428
Mangan, Farbreaktion 127; elektrophoretische Wanderung von Komplexionen 37; Fällung in gepufferter Lösung 359; Ausfällung mit Oxalat 126; Bestimmung 129, 358, 455; spektrochemische Bestimmung 347; colorimetrische Bestimmung 61; coulometrische Titration 305; Bestimmung durch Reduktion von Permanganat an der Quecksilbertropfelektrode 305; chelatometrische Bestimmung 357; konduktometrische Titration mit ÄDTA 291; Bestimmung in Whisky 450; in verschiedenen Legierungen 384; in Phosphatierungsmitteln 59; in Hiduminium 29; in metallischem Nickel 205; in Pflanzenasche 211; Störung beim Silbernachweis 435; bei der chelatometrischen Wasserhärtebestimmung 291; Entfernung bei der Bestimmung von Magnesium in Elektrolytnickel 206; Bestimmung von Cadmium neben Mangan in Legierungen 438
Manganate, Infrarotspektren 285
Manganoxyd, Bestimmung von Sauerstoff 59
Mannose, papierchromatographische Bestimmung 313; Bedeutung des Nachweises bei der Identifizierung von Quellstoffen 320
Marmelade, potentiometrische Untersuchung 317
Maßanalyse (Jander-Jahr) 354 [L]
Maßanalyse, neuere maßanalytische Methoden (Jander) 353 [L]; siehe auch Analyse
Massenspektrometrie, Anwendungsmöglichkeiten in der Analyse 41
Mavacurin, Bestimmung 233
Mayonnaise, Untersuchung 372
Medinal, Identifizierung 218
Medizinische Berufe, Leitfaden der Chemie (Büchner-Schöne) 236 [L]
Meeressedimente, Bestimmung von Barium, Titan und Zink 65
Megaphen, Bestimmung 224
Mehl, potentiometrische Untersuchung 317; Bestimmung von Kaliumbromat 366; von zugesetzter Kreide 367
Melecitose, Bestimmung im Honig 365
Melissylacetat, Bestimmung in Salbengrundlagen 215
Menadion, Bestimmung 221
Messing, Bestimmung von Zink und Kupfer 438; Einfluß von Eisen auf die Bestimmung von Zinn in Messing 201
Metallanthranilate, Verhalten in acetat- und tartratgepufferten Lösungen 359
Metalle, Reagentien aus substituierten Aminen der Thioglykolsäure 294; Bestimmung in Form der Oxalate

126; Bestimmung von Uran 303; chromatographische Abtrennung von Zink und Gallium 439
Metallionen bei der Wielandschen Retentionsanalyse 35; Empfindlichkeit der Reaktionen mit Pyridin- und Chinolinabkömmlingen 359; Zusammenhang zwischen R_f-Wert und Ionengröße 34; Mikrobestimmung 358; Bestimmung von Titan neben verschiedenen Metallionen 142
Metallische Stoffe, Bestimmung von Arsen 455
Metallographie (Schumann) 375 [L]
Metallreaktionen, Einfluß von Puffersalzen auf die Empfindlichkeit 359
Metallsalze, Infrarotspektren 285
Metallteile, Bestimmung von Mineralölen an Metallteilen 206
Metanilgelb, Adsorptionsindikation 161
Methan, Infrarotabsorption 117; gaschromatographische Abtrennung 119
Methanol, Infrarotabsorption 117; Bestimmung geringer Mengen neben Aldehyden 308
Methionin, Bestimmung 286; Halbmikrobestimmung von Schwefel 311
p-Methoxy-o-benzoylbenzoesaures Natrium, Nachweis 454
Methoxyl, Bestimmung 159
2-Methyl-5-äthylpyridin, konduktometrische Titration 121
2-Methyl-6-äthylpyridin, Retentionsvolumen 316
Methylazid, Infrarotabsorption 117
2-Methylbutanole, Analyse in Mischungen 156
Methylchlorid, Infrarotabsorption 117
Methylcyclohexan, gaschromatographische Trennung von n-Heptan 36
Methylenchlorid, Bestimmung in wäßrigen Lösungen 158
Methylendimethylhydrazin, Infrarotabsorption 117
2-Methyl-2,3-epoxy-1,4-naphthochinon, polarographische Bestimmung 220
Methylester verschiedener Fettsäuren, papierchromatographische Bestimmung 392; Bestimmung von Tocopherol 374
Methylmercaptan, Infrarotabsorption 117
Methylmethacrylat, Kontrolle des Gehaltes an Stabilisator 209
2-Methyl-1,4-naphthochinon, Stabilität der Natriumhydrogensulfitverbindung 221; Zersetzung 221; Bestimmung 221; spektrophotometrische Bestimmung 222; polarographische Bestimmung 220
2-Methyl-1,4-naphthochinon-hydrogensulfit, polarographische Bestimmung 220
2-Methyl-1,4-naphthochinon-3-sulfosaures Natrium, polarographische Bestimmung 220
N-(1′-methylpiperidyl-3′-methyl)-phenothiazin, Bestimmung 223
Mikrobiologischer Ansatz, Azofarbstoffe als Indicatoren zum Nachweis von Konservierungsmitteln u. ä. in mikrobiologischen Ansätzen 454
Mikronährstoffe, spektrochemische Bestimmung in Böden, Düngemitteln und biologischem Material 341
Milch, Untersuchungsmethoden 371
Milcherzeugnisse, Extraktion und Identifizierung von Farbstoffen 449
Milch-Käseprodukte, Untersuchungsmethoden 371
Milchsäure, Hochfrequenztitration 122; Bestimmung in Diätsalz 318; Störung bei cerimetrischen Titrationen 428
Milchzucker, Bestimmung in Magermilchpulver 371
Mineralanalyse, qualitative (Wenger, Monnier, Rusconi) 432 [L]
Mineralöle, Bestimmung in organischen Lösungsmitteln und an Metallteilen 206
Mineralwasser, flammenphotometrische Bestimmung von Kalium 379; siehe auch Wasser
Mitfällungsmittel, organische Mitfällungsmittel bei der Untersuchung verdünnter Lösungen 125
Mohnkapseln, Bestimmung von Morphin 230
Mohnpflanzen, Bestimmung von Morphin 230
Molekularrefraktion, analytische Konstante für Öle und Fette 1
Molke, Bestimmung von Lactose in konzentrierten Produkten 371
Molybdän, Reaktion mit Parafuchsinhexaessigsäure 128; R_f-Werte der Anionenverbindungen 84; Untersuchung der Anionenverbindungen des Systems mit Wolfram 81; Bestimmung 455; spektrochemische Bestimmung 347; Bestimmung in Granitoiden 61; im Boden 387; in Zirkonium 457; Nachweis von Vanadium und Titan 445; Bestimmung von Eisen neben Molybdän 154
Molybdänrhodanidreaktion, zur Bestimmung von Sulfid 149

Molybdate, Infrarotspektren 285; Farbreaktion 127; Komplexreaktionen 443
Monoäthylamin, Infrarotabsorption 117
Monomethylamin, Infrarotabsorption 117
Monomethylhydrazin, Infrarotabsorption 117
Mononatriumphosphat, Infrarot-Absorptionsspektrum 242
Monosaccharide, spektrophotometrische Identifizierung 314; papierchromatographische Bestimmung 313
Montmorillonit, röntgenographische Untersuchung 462
Morin, zur spektralphotometrischen Bestimmung von Thorium 143
Morphin, Bestimmung in Mohnpflanzen oder Opium 230; in einzelnen Mohnkapseln oder deren Teilen 230; Bestimmung von Atropin in Mischungen mit Morphin 229
Mucoprotein, Bestimmung 397; Trennung von den Zuckerkomponenten 239
Murexid, zur spektralphotometrischen Bestimmung von Erdalkalien 135
Mutterkornalkaloide, Ermittlung auf den Papierchromatogrammen 231; Verbesserung der papierchromatographischen Trennung 231
Myricylacetat, Bestimmung in Salbengrundlagen 215

Naphtha, massenspektrometrische Bestimmung ungesättigter Bestandteile 42
Naphthaline, Bestimmung im Gasöl 42
Naphthaöle, Bestimmung von Arenen 70
Naphthenbenzole, Bestimmung in Gasöl 42
Naphthene, gaschromatographische Untersuchung 119
Naphthobenzothiophene, Bestimmung im Gasöl 42
Naphthochinonderivate, polarographische Bestimmung 220
1-Naphtholbenzein, Verwendung als Indicator für Titrationen in wasserfreier Essigsäure 293
α-Naphthylamin, Verwendung in der anorganischen Analyse 130
Natrium, Trennung von Lithium 432; Bestimmung in Diätsalz 318; flammenphotometrische Bestimmung in Sulfatablaugen 66; Bestimmung von Caesium neben Natrium 295
Natriumazid zur Bestimmung von Uran 151
Natriumcarbonat, Bestimmung von Natriumhydroxyd neben Natriumcarbonat 196
Natriumchlorid, Bestimmung in Weißpigmenten 388; Einfluß auf die chelatometrische Bestimmung von Eisen-(III) 251
Natriumchloridlösung, Bestimmung von Calcium in Natriumchloridlösungen 66
Natrium-2-chlorpropionat, Infrarotabsorption in wäßriger Lösung 117
Natriumcitrat, Thermostabilität 294
Natrium-2,2-dichlorpropionat, Infrarotabsorption in wäßriger Lösung 117
Natriumglycerophosphat, Bestimmung von Strychnin neben Natriumglycerophosphat 217
Natrium-β-glycerophosphat, Bestimmung von Orthophosphat neben Natrium-β-glycerophosphat 145
Natriumhydrogencarbonat-Natronlauge Puffergemisch zur Einstellung von p_H-Werten 122
Natriumhydroxyd, Bestimmung neben Natriumcarbonat 196
Natriumhypobromitlösung, Maßlösung in der Amperometrie 41
Natriumkakodylat, Bestimmung von Strychnin neben Natriumkakodylat 217
Natriummolybdat-Chinolinlösung zur Bestimmung von Phosphor 54
Natriumnitritlösung, Maßlösung in der Amperometrie 41
Natrium-p-nitrophenylphosphat zur Durchführung des Phosphatasetestes 79
Natriumoxalat, Thermostabilität 294
Natriumperoxyd, Thermostabilität 294
Natriumphosphat, Infrarot-Absorptionsspektrum 243
Natriumpyrosulfat, Thermostabilität 294
Natriumsulfat, Bestimmung in Weißpigmenten 388
Natriumsulfidlösungen, Bestimmung von Sulfid 148
Natriumtetraphenyloborat zur Bestimmung von Kalium neben Ammonium 433
Natrium-2,2,3-trichlorpropionat, Infrarotabsorption 117
Natronlauge, spektrophotometrische Titration mit Essigsäure 362
Nentotalnatrium, Identifizierung 218
Neomycin B und C, papierchromatographische Trennung 235

Nephelin, Bestimmung von Phosphat 463
Nephelin-Apatiterz, Bestimmung des Phosphatgehaltes 463
Neßler-Methode zur Bestimmung von Fibrinogen in Blutplasma 399
Neutralisationstitrationen mit Fluorescenzindicatoren 123
Nichteisenmetallurgie, Übersicht über die Analysenmethoden 455
Nichtmetalle, Korrosionstabellen (Ritter) 375 [L]
Nichtmetallische Stoffe, Bestimmung von Arsen 464
Nickel, Farbreaktion 127; Reaktion mit Pyridin- und Chinolincarbonsäuren 359; Ausfällung als Oxalat 126; Fällung in gepufferter Lösung 359; papierelektrophoretisches Verhalten 186; elektrophoretische Wanderung von Komplexionen 37; Bestimmung 129, 358, 455; spektrochemische Bestimmung 347; konduktometrische Titration mit ÄDTA 291; chelatometrische Bestimmung 357; von Mikrogramm-Mengen 434; Trennung von Eisen 190, 192; chromatographische Trennung von Kobalt 308; Bestimmung in Phosphatierungsmitteln 59; in Kupfersalzen 67; in Hiduminium 29; in Zirkonium 457; im Uran 30; in Böden, Düngemitteln und biologischem Material 341; in Mineralöl 31; Störung bei der Bestimmung von Titan mit 8-Hydroxychinaldin 299; Entfernung bei der Bestimmung von Magnesium in Elektrolytnickel 206; Bestimmung von Mangan und Silicium in metallischem Nickel 205; von Kobalt 307; Reinigung von Kobaltsalzen von kleinen Nickelmengen 308; siehe auch Elektrolytnickel
Nickel(II)-ionen, Reaktion mit Hydroxytetralonoximen 130
Nickellegierungen, Bestimmung von Aluminium 383; von Niob und Wolfram 382
Nickelnitrat, Bestimmung von Kobalt 307
Nickeloxyd, Bestimmung von Sauerstoff 59
Nickelsalzlösung zur Titration von Cyanid 140
Nickelverunreinigungen, Bestimmung in Erdölcrackkatalysatoren 206
Nicotinsäureamid, mikrobiologische Bestimmung in Weinen 374
Nicotinsäurehydrochlorid, Bestimmung von Atropin in Mischungen mit Nicotinsäurehydrochlorid 229
Niere, Bestimmung von Glutathion 393
Nilblau A, Verwendung als Indicator für Titrationen in wasserfreier Essigsäure 293
Ninhydrin zur Bestimmung von Aminosäuren 311
Ninhydrinmethode zur Bestimmung von Fibrinogen im Blutplasma 399
Ninhydrinreaktion, Auswertung in der Papierchromatographie 286
Niob, Untersuchung der Anionenverbindungen des Systems mit Tantal 81; R_f-Werte von Anionenverbindungen 89; Bestimmung 455; Trennung von Titan 446; Nachweis neben größeren Titanmengen 445; polarographische Bestimmung in Legierungen 382; Einfluß auf die Bestimmung von Phosphor 383
Niobat, Komplexreaktionen 443
Nioblegierungen, Bestimmung von Phosphor 382
Nitraniline, Verwendung in der anorganischen Analyse 130
Nitrat, schnelle colorimetrische Bestimmung 444; Bestimmung mit Phenarsazinsäure 444
Nitride, Bestimmung im Stahl 51
Nitrit, Mikronachweis 443; Störung bei der Nitratbestimmung 444
Nitroäthan, Infrarotabsorption 117
p-Nitrobenzolazochromotropsäure, analytische Bedeutung 358
2-Nitro-9-(4′-dimethylaminobenzol)-fluoren, Verwendung als Indicator für Titrationen in wasserfreier Essigsäure 293
m-Nitro-N,N-dimethylanilin, Verwendung als Indicator für Titrationen in wasserfreier Essigsäure 293
Nitroguanidin, Bestimmung in Phosphatierungsmitteln 58
Nitromethan, Infrarotabsorption 117; Bestimmung in Mischungen 157
Nitroparaffine, Bestimmung durch Chlorierung 157; Bestimmung von Nitromethan neben anderen Nitroparaffinen 157
Nitrophenole, chromatographische Abtrennung 315
N-(Nitrophenyl)-α-mercaptoäthanamid, Reagens auf Metallionen 294
Nitropropane, Infrarotabsorption 117
α-Nitroso-hydroxylamino-tetrahydro-naphthalin, Reagens auf Eisen(III) und Kupfer(II) 129
α-Nitroso-β-naphthylaminlösung, Maßlösung in der Amperometrie 41
Nitroso-R-Salz, Hochfrequenztitration 122

Nitrosylchlorid, Infrarotabsorption 117
Nitroverbindungen, papierchromatographische Bestimmung 309
Noctal, Identifizierung 218
Novocain, Bestimmung 218
Nuclide, siehe Radionuclide
Nullabgleich bei konduktometrischen Analysen 38
Nylon, Titration in Glykol-Phenolgemischen 314

Öle, Molekularrefraktion als analytische Konstante 1; Bestimmung flüchtiger Öle in Gewürzen 452; siehe auch Naphthaöle, sowie Rohöl
Ölsäure, papierchromatographische Bestimmung 392; Bestimmung von Tocopherol im Methylester 374
Olefine, gaschromatographische Untersuchung 119
Oligokieselsäuren, chromatographische Trennung 141
Opium, Bestimmung von Morphin 230
Orcin-Schwefelsäure zur Bestimmung von Monosacchariden 313
Organische Analyse, Anleitung zur organischen qualitativen Analyse (Staudinger) 155 [L]
Organische Basen, Verteilung von Bromthymolblau zwischen Wasser und Chloroform neben organischen Basen 217; konduktometrische Titration mit Bortribromid in aprotischen Lösungsmitteln 121; Titration in Glykol-Phenolgemisch 314
Organische Chemie, theoretische Grundlagen (Hückel) 155 [L]
Organische Ionen, Beweglichkeit in der Papierelektrophorese 37
Organische Mitfällungsmittel, siehe Mitfällungsmittel
Organische Säuren, papierchromatographische Identifizierung 211; Bestimmung in Diätsalz 318
Organische Schwefelverbindungen, amperometrische Bestimmung 41
Organische Stoffe, massenspektrometrische Analyse 41
Organisches Material, spektrochemische Bestimmung von Metallen 31; photometrische Bestimmung von Zinn 49; Bestimmung von Schwefel 147
Organoquecksilberverbindungen, Bestimmung von Quecksilber 74
Orthoborsäure bei der Bestimmung von Bor 297
Orthophosphat, R_f-Werte 146; Abtrennung 301; Bestimmung von Polyphosphaten neben Orthophosphat 146; siehe auch Alkaliorthophosphate
Orthophosphationen, Bestimmung neben säureempfindlichen Phosphorsäureestern und anderen störenden Ionen 145
Orthophosphorsäure, Infrarot-Absorptionsspektrum 242
Osmium, Destillation aus verschiedenen Lösungen 417; Abtrennung durch Destillation 411; Trennung von Ruthenium als Tetraphenylarsoniumverbindung 425; durch Extraktion der Diphenylthioharnstoff- und der Tetraphenylarsoniumverbindungen 420; Bestimmung von wenig Ruthenium neben viel Osmium 423
Osmiumtetroxyd, Katalysator bei der Bestimmung von Arsenit mit Vanadat 180; bei der Thiosulfatbestimmung mit Cyanoferrat(III) 105; bei der Oxydation von Selenit mit alkalischer Cyanoferrat(III)-lösung 273
Oxalate zur Bestimmung von Metallen 126; Bestimmung von Orthophosphat neben Oxalat 145; Einfluß auf die chelatometrische Bestimmung von Eisen(III) 252
Oxalsäure zur Untersuchung der induzierten Reaktionen in der Cerimetrie 336; bei der chromatographischen Abtrennung von Gallium 440
Oxime, Hochfrequenztitration 122
Oxinate, Titration in Eisessiglösung 361
Oxinphosphormolybdat bei der Bestimmung von Phosphor 144
8-Oxychinolin, Nachweis im Rauch von Pfeifentabak 228
Oxyde, Bestimmung im Stahl 51; Bestimmung des Urangehaltes 303
Oxydierende Substanzen, Einfluß auf die Karl-Fischer-Titration 127
Oxymethylfurfurol, Nachweis und Bestimmung in Honig und Kunsthonig 451
Oxyprocain, Bestimmung 218

Pacatal, Bestimmung 223
Palladium, Farbreaktion 127; papierelektrophoretisches Verhalten 186; Bestimmung mit Bismuthiol II 103; gravimetrische Bestimmung mit 2-Furoyltrifluoraceton 129
PAN-Kupfer-Komplex als Indicator in der Chelatometrie 357
Pankreas, Bestimmung von Glutathion 393

Papier, Anfärbung von Protein auf Filtrierpapier 394; siehe auch Photorohpapier
Papierchromatographie, Verwendung der Wielandschen Retentionsanalyse 35; nach dem Keilstreifen-Verfahren 120; Verbesserung der zweidimensionalen Ringpapierchromatographie 34; Ausnahmeerscheinungen bei der Rundfilterchromatographie anorganischer Salze 288; Fehlerquellen und Unzulänglichkeiten sowie deren Umgehung in der Rundfilterpapierchromatographie 287; neue Apparatur der Rundfilterpapierchromatographie 287; Verwendung von imprägniertem Filterpapier 7; Chromatographie auf mit Ionenaustauscher imprägniertem Papier 288; Umgehung der Acetylierung des Papiers 35; Lokalisierung von sichtbaren und farblosen Zonen 34; quantitative Auswertung der Ninhydrinfarbreaktion 286; Zusammenhang zwischen R_f-Wert und Ionengröße 34; Bestimmung von Substanzen, die Molekülverbindungen mit dem Entwickler geben 286; Untersuchung der Anionenverbindungen der Systeme Molybdän-Wolfram, Niob-Tantal und Silicat-Phosphat 81; siehe auch Ringpapierchromatographie, sowie Rundfilterpapierchromatographie und Zirkularchromatographie
Papierelektrophorese zur Trennung von Ionen 184, 189; Wanderung von Komplexionen 37; Beweglichkeit organischer Ionen 37; Untersuchung der Anionenverbindungen der Systeme Molybdän-Wolfram, Niob-Tantal und Silicat-Phosphat 81; zur Serumanalyse 394; densitometrische Analyse von Papierelektropherogrammen, besonders in der Serumanalyse 121; Bindung von Farbstoffen an Proteine auf Filtrierpapier 289; Einleitung (Lederer) 353 [L]; siehe auch Rundfilterelektrophorese
Paraffinemulsionen, Bestimmung von Phenolphthalein durch Extraktion mit Eisessig 223
Paraffinkohlenwasserstoffe, Bestimmung des Verzweigungsgrades 155
Parafuchsinhexaessigsäure, Anwendung als Komplexon 128
Pektin, Identifizierung 320
Penicillin, chemische Wertbestimmung in pharmazeutischen Zubereitungen 234; Bestimmung in Salben 233
Penicillinpräparate, Wertbestimmung 234
Pentapyrrolidinhydrotartrat, Bestimmung 227
Percain, Bestimmung 218
Perlonpulver bei der chromatographischen Trennung von Phenolen 315
Permanganat, Infrarotspektrum 285; spektrophotometrische Bestimmung mit Titan(III) bzw. mit Eisen(II) 362; potentiometrische Titration 124; Reduktion an der Hg-Tropfelektrode 305; siehe auch Kaliumpermanganat
Peroxyd, Zersetzung in wäßriger Uranylsulfatlösung 45
Peroxyd-Indicator-Test 452; verschiedener ungesättigter Fette 451/52
Perrhenate, Infrarotspektren 285
Perthit, Bestimmung von Uran- und Thoriumspuren 42
Petroleumgase, polarographische Bestimmung von elementarem Schwefel 207
Pfeifentabak, Nachweis von 8-Oxychinolin im Rauch 228
Pflanzen, Bestimmung der Jodzahl im Öl von Samen 368
Pflanzenanalyse, automatische Pipette 385
Pflanzenasche, Bestimmung von Kupfer, Zink und Mangan 211; von Bor 212
Pflanzenschutzmittel, Bestimmung von 4-Chlor-2-methyl-phenoxyessigsäure 76
Pflanzenstoffe, Bestimmung von Hydroxylamin 211
Pflanzliche Substanzen, Bestimmung von Zink 386
p_H-Messung in stark alkalischer Lösung mit der Hochalkali-Glaselektrode 361
p_H-Werte, Puffergemische für p_H-Werte zwischen 7 und 13 122; Kontrolle und Regulierung 122; Bestimmung im Extrakt von Polysiloxanverbindungen 74
Phanodorm, Identifizierung und Bestimmung 218
Pharmaceutica, Titration in Eisessiglösungen 213; Bestimmung von Arsen 215; von Schwefel 215; von Phenolphthalein 222; von Dihydroxypropyltheophyllin 226; von Penicillin 234
Pharmazie, Fortschritte auf dem Gebiet der Polarographie in der Pharmazie 214
Phenacetin, Bestimmung von Amphetaminsulfat neben Phenacetin 217
Phenanthrene, Bestimmung im Gasöl 42
Phenanthrolin, Hochfrequenztitration 122

Phenarsazinsäure zur Bestimmung von Nitrat 444
Phenazine zum Borsäurenachweis 438
Phenobarbital, Bestimmung im Blut 392
Phenol, Infrarotabsorption in wäßriger Lösung 117; Bestimmung in Kohlenwasserstoffen 208
Phenole, chromatographische Trennung an Polyamiden 315
Phenol-Glykolgemisch bei der Trennung organischer Basen 314
Phenolmethylsulfonsäureharz bei der Bestimmung von Caesium neben anderen Metallen 295
Phenolphthalein, Bestimmung durch Extraktion mit Methanol und Eisessig 223; Bestimmung in pharmazeutischen Zubereitungen 222
Phenothiazinderivate, Analytik 223; Bestimmung 224
Phenylarsenoxydlösung, Maßlösung in der Amperometrie 41
Phenylbarbitursäure, Bestimmung im Blut 392
m-Phenylendiamin, beim Mikronachweis von Nitrit 443
o-Phenylendiamin und Kaliumquecksilberjodid zur Bestimmung kleiner Kupfermengen 434
Phenylhydrazin, Hochfrequenztitration 122; Bestimmung mit Jodmonochlorid 360
N-(Phenyl)-α-mercaptoäthanamid, Reagens auf Metallionen 294
Phenylquecksilberacetat, spektrophotometrische Bestimmung 75
Phosgen, Infrarotabsorption 117
Phosphat, Infrarotspektrum 300; Untersuchung der Anionenverbindungen des Systems mit Silicat 81; Abtrennung von den Kationen Fe, Al und Ca 301; Bestimmung in Diätsalz 318; in Apatitkonzentraten und Apatit-Nephelinerz 463; in Loparitkonzentraten und Erzen 462; von Arsen in Pharmaceuticis neben Phosphat 215
Phosphatasetest, Durchführung mit Natrium-p-nitrophenylphosphat 79
Phosphate, Infrarotspektren 285; chromatographische Trennung an Harzaustauschern 300; Analyse radioaktiver Phosphate in Gehirnextrakten 237
Phosphatierungsmittel, Analyse 58
Phosphit, Infrarotspektrum 299, 300; jodometrische Bestimmung 146; Bestimmung mit Permanganat 300
Phosphor, R_f-Werte von Anionenverbindungen 93; Bestimmung durch Fällung als Oxinphosphormolybdat 144; Bestimmung in wolfram-, titan- und niobhaltigen Legierungen 382; spanlose Bestimmung in Legierungen (niedrig legierten Stählen) 384; coulometrische Bestimmung in Eisen und Stahl 54; Bestimmung in niedrig gekohltem Ferrochrom 459; Mikrobestimmung in biologischem Material 237
^{30}Phosphor bei der radiochemischen Bestimmung von Aluminium 44
Phosphorsäureester, Bestimmung von Orthophosphationen neben Phosphorsäureestern 145
Phosphorsäuren, Trennung von Arsensäuren 146; Bestimmung in Phosphatierungsmitteln 59; in Lebensmitteln 318
Phosphorverbindungen, Infrarot-Absorptionsspektren 241
Phosphorwolframsäurelösung, Maßlösung in der Amperometrie 41
Photometrische Titrationen, Verbesserung des Äquivalenzpunktes 38; siehe auch Titrationen
Photorohpapiere, Bestimmung von Formaldehyd 71
Phthaleine zum Borsäurenachweis 438
Phthaleinkomplexon, Verwendung als Indicator in der Chelatometrie 293; Indicator zur Bestimmung von Barium 296
Phthaleinpurpur, Indicator zur Bestimmung von Barium 296
Phthalsäure, Hochfrequenztitration 122
Phthiocol, polarographische Bestimmung 220
Physical Methods in Chemical Analysis (Berl) 352
α-Picolin, konduktometrische Titration 121
Picoline, Retentionsvolumina 316; Trennung durch Dampfphasenchromatographie 316
Pigmente, siehe Weißpigmente
Pikrinsäure, Hochfrequenztitration 122
Pikrinsäurelösung, Maßlösung in der Amperometrie 41
Pikrinsäure-Natriumcarbonatreagens auf blausäurehaltige Heteroside 233
Pinacyanol, Verwendung als Indicator für Titrationen in wasserfreier Essigsäure 293
Piperin, Bestimmung 229
Pipetten, automatische Pipette für Boden-, Düngemittel- und Pflanzenanalyse 385
Plasma, Bestimmung von Atmungsgasen 389; von Albumin 394; von

Glutaminsäure-Oxalessigsäure- und Glutaminsäure-Brenztraubensäure-Transaminase 79
Plastrohstoffe, Identifizierung von Polyolen 73
Platin, papierelektrophoretisches Verhalten 186; Störung beim Silbernachweis 435
Platinmetalle, Beiträge zur analytischen Chemie 411, 420; Entfernung bei der Bestimmung von Magnesium in Elektrolytnickel 206
Polarographic Techniques (Meites) 114 [L]
Polarographie, Übersicht 37; komplexchemische Verdrängungsreaktionen in der Polarographie 169, 321; Fortschritte auf dem Gebiet der Pharmazie 214; Empfindlichkeit und Leistungsfähigkeit von drei Polarographen 290; neue Bezugselektroden 38; Verwendung von ruhenden Quecksilberelektroden 40; Gerät zur Bestimmung der Tropfzeit bei Quecksilbertropfelektroden 39; Vermeidung von Stromschwankungen an der Quecksilbertropfelektrode 39; polarographische Technik (Meites) 114 [L]
^{210}Polonium zur radiochemischen Analyse von Aluminium 44
Polyamide, bei der chromatographischen Trennung von Phenolen 315; Titration in Glykol-Phenolgemisch 314
Polyole, Identifizierung in plastischen Massen 73
Polyphenol-Oxydaseaktivität, Bestimmung 80
Polyphosphate, Identifizierung neben Orthophosphat 146
Polysiloxanverbindungen, Bestimmung von Säure und Wasser 74
Polytrifluorchloräthylen, siehe Fluorothen
Porphobilinogen, Bestimmung im Harn 392
Portlandzement, Bestimmung von freiem Kalk 64
Porzellantiegel, Abkühlungszeit in Exsiccatoren 361
Potentiometrie, Übersicht 37; in der Lebensmittelanalytik 317
Priscol, Bestimmung 226
Procain, Bestimmung 217; Verteilung von Bromthymolblau zwischen Wasser und Chloroform neben Procain 217
Promethazin, Bestimmung 223
Propan, Infrarotabsorption 117; gaschromatographische Abtrennung 119
Propaphenin, Bestimmung 224
Propen, Infrarotabsorption 117
Propin, Infrarotabsorption 117
n-Propoxy-2-amino-4-nitrobenzol,Nachweis 454
Propylen, gaschromatographische Abtrennung 119
Protactinium, chemische Eigenschaften 44
Proteine, Anfärbung auf Filtrierpapier 394; Bindung von Farbstoffen bei der Papierelektrophorese 289; elektrophoretische Untersuchung 395; im Serum 394; siehe auch Kationproteine
Psicain, Bestimmung 218
Puffergemische, für p_H-Werte zwischen 7 und 13 122
Puffersalze, Einfluß auf die Empfindlichkeit von Metallreaktionen 359
Pyramidon bei der amperometrischen Titration von Cadmium 438
Pyrene, Nachweis in Luft 379; Bestimmung im Gasöl 42
Pyridin, Empfindlichkeit der Reaktionen mit Metallionen 359; Retentionsvolumen 316; konduktometrische Titration 121; komplexometrische Bestimmung 426; Bestimmung in vergälltem Alkohol 68; Titration in Glykol-Phenolgemischen 314
Pyridinbasen, Trennung durch Dampfphasenchromatographie 316
Pyrit, Bestimmung von Arsen 62
Pyrogallol, chromatographische Abtrennung 315
Pyrogallolcarbonsäure bei der Bestimmung von Titan 442
Pyrogallolrot, Reaktion mit Silber 434
Pyrogallolsulfophthalein, Reaktion mit Silber 434
Pyrophosphat, R_f-Werte 146; Abtrennung 301
Pyrrhotin, Bestimmung von Kobalt 307

Qualitative Analyse (Walti) 283 [L]
Qualitative Analysis Using Semimicro Methods (Gilreath) 284 [L]
Quantitative Spectrochemical Analysis of Silicates (Ahrens) 199 [L]
Quarzsand, röntgenographische Analyse 462
Quecksilber, Farbreaktion 127; Reaktion mit Parafuchsinhexaessigsäure 128; papierelektrophoretisches Verhalten 187; elektrophoretische Wanderung von Komplexionen 37; chromatographischer Nachweis 285; Bestimmung mit Säure-Base-Indicatoren 138; konduktometrische Titra-

tion mit ÄDTA 291; chelatometrische Bestimmung 357; Titration mit Thioharnstofflösung 138; Trennung von Eisen 190, 192; Bestimmung in fungiciden Organoquecksilberverbindungen 74; Titration in Fungiciden 75; Störung beim Thalliumnachweis 440; Bestimmung von Zink neben Quecksilber 359
Quecksilberelektroden, Anordnung und Verwendung ruhender Quecksilberelektroden in der Polarographie 40
Quecksilber(II)-ionen, polarographische Bestimmung in Abwässern 40
Quecksilber(I)-nitratlösung, Maßlösung in der Amperometrie 41
Quecksilbertropfelektroden, Vermeidung von Stromschwankungen 39; Gerät zur Bestimmung der Tropfzeit 39
Quecksilberzinkrhodanid als Spurenfänger 355
Quellstärke, Identifizierung 320
Quellstoffe, Identifizierung in Lebensmitteln 319

Radioaktive Elemente, Nachweis kurzlebiger Stoffe 43
Radioaktive Stoffe, Untersuchung 43
Radioaktive Substanzen, Bestimmung von Fluoriden 304
Radioaktiver Staub, Nachweis von ^{103m}Rhodium 44
Radiochemische Analyse durch Gammastrahlenspektroskopie 42
Radionuclide, Nachweis in Uranspaltprodukten 43
Raffination, Nachweis in Schweineschmalz mit Hilfe des Anilinpunktes 369; Nachweis von raffiniertem Schmalz 369
Raman-Spektrometer 363
Rapsöl, Nachweis in Speiseöl 370
Rauch, Nachweis von 8-Oxychinolin im Rauch von Pfeifentabak 228
Rectified Radio-frequency-impedance method zur Lokalisierung sichtbarer und farbloser Zonen in der Papierchromatographie 34
Recton, Identifizierung 218
Reduzierende Substanzen, Einfluß auf die Karl-Fischer-Titration 127
Regenwasser, Bestimmung von Calcium 380
Reincasein, Bestimmung in Caseinpräparaten 372
Resorcin, chromatographische Abtrennung 315
β-Resorcylsäure, Reaktion mit verschiedenen Metallen 443
Retentionsanalyse, Anwendungen 35
R_f-Werte auf imprägniertem Filterpapier 9
Rhenium, empfindliche und genaue spektrophotometrische Bestimmung 447
Rhenocain, Bestimmung 218
Rhodamine zum Borsäurenachweis 438
Rhodanid, Bestimmung mit Jodmonochlorid 360; Einfluß auf die chelatometrische Bestimmung von Eisen(III) 252
Rhodanide, elektrophoretische Wanderung der Komplexe 37; Bestimmung in Steinkohlenteer 69
Rhodanid-Wolfram-Komplexverbindung, Bildung und Bestimmung 151
^{103m}Rhodium, Nachweis in der „Bikini-Asche" 44
Ricin, Bestimmung 229
Ricinusöl, Bestimmung von Schwefel in Gegenwart von Ricinusöl 215
Ringpapierchromatographie, Verbesserung 34; siehe auch Zirkularchromatographie
Röntgenabsorptionsmessung in der Analyse 33
Röntgenfluorescenzmessung in der Analyse 33
Röntgenstrahlenabsorption zur qualitativen und quantitativen Analyse 109
Röntgenstrahlenbeugung zur chemischen Analyse 32
Röntgenstrahlenmikroskopie zur Analyse fester Gemische 16
Roheisen, Bestimmung von Silicium 460; siehe auch Eisen
Rohöl, spektrochemische Bestimmung von Metallen 31
Rose bengale, Identifizierung und Extraktion in Lebensmitteln 449
Rotwein, Identifizierung verschiedener Farbstoffe 449
Rubidium, Bestimmung nach Fällung als Tetraphenyloborat 433; Bestimmung in Gesteinen 461; Bestimmung von Caesium neben Rubidium 295
Rundfilterelektrophorese, Bestimmung von Serumproteinen 395
Rundfilterpapierchromatographie, Umgehung von Fehlerquellen und Unzulänglichkeiten 287; siehe auch Papierchromatographie
Ruthenium, Nachweis radioaktiver Isotope 43; Destillation aus verschiedenen Lösungen 411; Abtrennung durch Destillation 411; aus radioaktivem Staub 44; Trennung von Osmium durch Extraktion der Diphenylthio-

harnstoff- und Tetraphenylarsoniumverbindungen 420; als Tetraphenylarsoniumverbindung 425; Bestimmung neben viel Osmium 423
Rutil, Bestimmung in Weißpigmenten 388

S-Werte auf imprägniertem Filterpapier 9
Saccharin, Nachweis 454
Saccharose, Bestimmung im Honig 365
Säulenchromatographie, photoelektrischer Fraktionssammler 118; Bedingungen für die p_H-Gradient-Elution chromatographischer Säulen 118; siehe auch Chromatographie
Säure-Indicator-Test 451
Säuren, konduktometrische Titration mit Basen unter Verwendung von Gleichstrom 290; Bestimmung der freien und flüchtigen Säuren in Lebensmitteln 317; von wasserunlöslichen Säuren in Butter 370; Bestimmung in Polysiloxanverbindungen 74; siehe auch aliphatische Säuren
Säurezahl, Erweiterung des Begriffes 70
Salben, Bestimmung von Penicillin 233
Salbengrundlagen, Analyse der Bestandteile des Unverseifbaren 214
Salicylaldoxim, Hochfrequenztitration 122
Salicylsäure, Reaktion mit Metallionen 442; bei der polarographischen Bestimmung von Gallium 439
Salpetersäure, Infrarotabsorption 117; zur Oxydation von Jod 127; Bestimmung in Phosphatierungsmitteln 59
Salze, siehe anorganische Salze
Salzsäure, Titration mit Lauge 21; Bestimmung in Polysiloxanverbindungen 74
Samarium, Abtrennung von Europium an Amalgamelektroden 298; Trennung von Gadolinium 298
Samen, Jodzahlbestimmung im Samenöl von Ölpflanzen 368
Santonin, papierchromatographische Abtrennung und colorimetrische Bestimmung 224; Bestimmung von Schwefel in Gegenwart von Santonin 215
Sauerstoff, gaschromatographische Abtrennung 119; polarographische Bestimmung in Gasen 40; Bestimmung in verschiedenen Oxyden 59; von gelöstem Sauerstoff in Kohlenwasserstoffen und ähnlichem 207; Bestimmung im Blut 389
Scandium, chelatometrische Bestimmung mit Xylenorange als Indicator 292
Schiffsche Reaktion auf ungesättigte Fette 238
Schlacken, Spektralanalyse 65; Bestimmung von Magnesium in basischen Schlacken 65; von Arsen 464
Schmalz, Nachweis von raffiniertem Schmalz 369; siehe auch Schweineschmalz
Schmierfette, Analytik 71
Schmieröl, spektrochemische Bestimmung von Metallen 31
Schokoladetabletten, Bestimmung von Phenolphthalein durch Extraktion mit Eisessig 223
Schwefel, Bestimmung kleiner Mengen 446; Bestimmung in organischem und anorganischem Material 147; spektralanalytische Bestimmung in technischen Produkten 65; Absorptionstitrationsgefäß zur Bestimmung im Stahl 205; polarographische Bestimmung in verflüssigten Petroleumgasen 207; Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 215; Halbmikrobestimmung in Cystin und Methionin 311
Schwefeldioxyd, Infrarotabsorption 117
Schwefelkohlenstoff, automatische Kontrolle des Gehaltes in der Luft 377; Bestimmung von Schwefel in Gegenwart von Schwefelkohlenstoff 215
Schwefelsäure, Titration mit Lauge 19, 21; mit Tris-hydroxymethyl-aminomethan 130; Bestimmung in Phosphatierungsmitteln 59; in Polysiloxanverbindungen 74
Schwefelverbindungen, siehe organische Schwefelverbindungen
Schwefelwasserstoff, Infrarotabsorption 117
Schweineschmalz, Nachweis der Raffination mit Hilfe des Anilinpunktes 369
Scopolamin, Bestimmung 230
Sedativa, polarographische Bestimmung 214
Seewasser, Bestimmung von Kalium 379
Seifen, Analytik 71
Seifen und Waschmittel. Definitionen, Untersuchungsmethoden und Anforderungen (Schweizerische Gesellschaft für analytische und angewandte Chemie) 376 [L]
Selen, amperometrische Bestimmung 41; Bestimmung in Abwässern 380
Selenate, Infrarotspektren 285

Selenige Säure zur Trennung von Niob und Tantal von Titan 446
Selenit, Oxydation durch alkalische Cyanoferrat(III)-lösung mit Osmiumtetroxyd als Katalysator 273; papierchromatographische Trennung von Tellurit 288
Seltene Erden, Farbreaktion 127; Nachweis radioaktiver Seltener Erden in Kupfer 43
Serum, elektrophoretische Analyse 396; Bestimmung von Chlorid 390; von Serumeisen 390; der Eisenbindungskapazität 391; papierelektrophoretische Bestimmung der Proteine 394
Serumanalyse, densitometrische Auswertung von Papierelektropherogrammen 121
Siedeverzüge, Vorrichtung zur Vermeidung 363
Silber, Farbreaktion 127; Reaktion mit Pyrogallolsulfophthalein 434; mit substituierten Trinitrophenolen 160; mit Parafuchsinhexaessigsäure 128; elektrophoretische Wanderung von Komplexionen 37; Ausfällung als Oxalat 126; Nachweis 435; chromatographischer Nachweis 285; Bestimmungsmethode 130, 455; spektrochemische Bestimmung 347; Bestimmung mit Bismuthiol II 265; gasometrische Titration mit Hydrazinsalz 46; Bestimmung durch Extraktion 296; Trennung von Eisen 190, 192; massenspektrometrischer Nachweis in Kupfer 42; Bestimmung in Zirkonium 457; spektrochemische Bestimmung in Böden, Düngemitteln und biologischem Material 341; Entfernung bei der Bestimmung von Magnesium in Elektrolytnickel 206
Silberacetat, massenspektrometrische Bestimmung von Deuterium 42
Silbernitrat, Einfluß der Temperatur auf die Geschwindigkeit der Elektrolyse 38
Silicate, Infrarotspektren 285; Untersuchung der Anionenverbindungen des Systems mit Phosphat 81; Bestimmung einiger Metalle 60; von Orthophosphat neben Silicat 145; quantitative spektrochemische Analyse (Ahrens) 199 [L]
Silicium, R_f-Werte von Anionenverbindungen 93; Bestimmung 455; in Eisenerz 63; in technischen Produkten 65; in Hiduminium 29; in Eisenmetallen 460; in Eisen und Stahl 54; im Stahl 55; in Wolframlegierungen und Ferrowolfram 382; in metallischem Nickel 205
Siliciumtetrafluorid bei der Bestimmung von Fluor 304
Silofutter, Bestimmung von Essig- und Buttersäure 213
Siloxen, Indicator bei der Titration von Blei mit Chromat 50
Sinter, Bestimmung von Arsen 464
Speiseöl, Nachweis von Rapsöl 370
Spektralanalyse nach der Verdampfungsmethode 30; spektrochemische Lösungsanalyse 30
Spektrophotometrische Analyse, Genauigkeit der Untersuchung von Zweikomponentensystemen 31
Spektrophotometrische Titrationen, automatisch arbeitendes Titriergerät 362
Sphen, Bestimmung von Uran- und Thorium-Spuren 42
Spinatasche, Bestimmung von Cu, Zn und Mn 211
Spirituosen, potentiometrische Untersuchung 317
Spurenelemente, spektrochemische Bestimmung in Böden, Düngemitteln und biologischem Material 340
Spurenfänger, Verwendung von Zinkquecksilberrhodanid 355
Stabilisator, polarographische Kontrolle des Gehaltes in Methylmethacrylat 209
Stadacain, Bestimmung 218
Stärke, potentiometrische Untersuchung 317; Bestimmung der Feuchtigkeit 366; siehe auch Quellstärke
Stärkungsmittel, Bestimmung von Calcium und Magnesium 366
Stahl, Analyse der Gefügebestandteile 51; von Phosphatierungsmitteln 58; Bestimmung von Wasserstoff durch Vakuumextraktion 52; von Aluminium 53; nephelometrische Bestimmung von Aluminium 52; Bestimmung von Silicium 55, 460; von Silicium und Phosphor 54; von Zinn 56; von Stickstoff auf nassem Wege 204; spanlose Bestimmung von Phosphor in niedrig legierten Stählen 384; Bestimmung von Spuren Antimon 56; von Vanadium 204; Schnellbestimmung von Vanadium 57; Bestimmung von Vanadium und Titan 57; Absorptionsgefäß für die Bestimmung von Schwefel 205; Bestimmung von Chrom und Vanadium 58; Nachweis von Molybdän, Vanadium und Titan nebeneinander 445; Bestimmung von

Kobalt 307; von Kobalt mit Cyanoferrat(III) in Gegenwart von Aminoessigsäure 307
Standard, siehe analytische Standards
Stearinsäure, papierchromatographische Bestimmung 392
Steinkohlenteer, Bestimmung von Chloriden und Rhodaniden 69
Steinmeteoriten, Bestimmung von Uran- und Thoriumspuren 42
Stickoxyd, Infrarotabsorption 117; Bestimmung in der Luft 377
Stickstoff, gaschromatographische Abtrennung 119; Bestimmung in Lebensmitteln 317; in Zirkonium 457; in Eisen 203; im Stahl auf nassem Wege 204; in Blättern des Kaffeebaumes 210
Stickstoffdioxyd, Infrarotabsorption 117
Stickstoffpentoxyd, Infrarotabsorption 117
Strontium, Reaktion mit substituierten Trinitrophenolen 160; spektralphotometrische Bestimmung 136; konduktometrische Titration mit ÄDTA 291; Trennung von Calcium und Magnesium 137
Strychnin, Verteilung von Bromthymolblau zwischen Wasser und Chloroform neben Strychnin 217; Bestimmung 229; in Drogen 232; in Injektionslösungen 217
Strychninsulfat, Bestimmung von Strychnin in Injektionslösungen 217
Strychnos guianensis, Untersuchung 233
Strychnos solimoesana, Untersuchung der Alkaloide 233
Strychnosdrogen, Wertbestimmung 232; Bestimmung von curareähnlichen Alkaloiden 232
Sublimat, photonephelometrische Bestimmung 139
Sudan III und IV, Verwendung als Indicator für Titrationen in wasserfreier Essigsäure 293
Süßstoffe, papierchromatographischer Nachweis 454; polarographische Bestimmung 214
Sulfanilamid, Verwendung in der anorganischen Analyse 130
Sulfapyridin, Verwendung in der anorganischen Analyse 130
Sulfat, Infrarotspektren 285; indirekte Bestimmung 446; komplexometrische Bestimmung 149; Bestimmung in Diätsalz 318; Bestimmung in Thoriumnitrat 68
Sulfatablaugen, flammenphotometrische Bestimmung von Natrium 66
Sulfathiazol, Verwendung in der anorganischen Analyse 130
Sulfationen zur Titration von Bariumionen 290
Sulfhydrylgruppen, Bestimmung in veränderten Wollfasern 210
Sulfid, colorimetrische Bestimmung auf Grund der Molybdänrhodanidreaktion 149; Bestimmung mit Ionenaustauschern 446; Bestimmung im Stahl 51; in Natriumsulfidlösungen 148
Sulfit, Bestimmung mit Permanganat 300; Störung bei der Bestimmung von Nitrat 444
p-Sulfobenzolazochromotropsäure, analytische Bedeutung 358
Sulfonphthaleine zum Borsäurenachweis 438
Sulfosalicylsäure bei der chromatographischen Abtrennung von Gallium 440; bei der Bestimmung von Titan 442
Suppositorien, Bestimmung von Dimenhydrinat 229

Tabakrauch, Chromatographie der 2,4-Dinitrophenylhydrazone von Aldehyden und Ketonen 212
Tabletten, Bestimmung von Dimenhydrinat 229
Talg, siehe Hauttalg
Tannin, chromatographische Abtrennung 315
Tantal, Untersuchung der Anionenverbindungen des Systems mit Niob 81; R_f-Werte von Anionenverbindungen 89; Bestimmung 455; Trennung von Titan 446
Tartrat, Einfluß auf das Verhalten von Metallanthranilaten 359; auf die chelatometrische Bestimmung von Eisen(III) 252; Störung bei der Titanbestimmung mit 8-Hydroxychinaldin 299
Taurin, Bestimmung 286
Technische Chemie, Grundriß (Kröger) 200 [L]
Tellur, amperometrische Bestimmung 41
Tellurat, potentiometrische Titration 124
Tellurit, papierchromatographische Trennung von Selenit 288
Tellursäure, spektralphotometrische Titration 149
Terpene, polarographische Bestimmung 214
Tetrabromstearinsäure, analytische Bestimmung 310
Tetrachlorkohlenstoff, Bestimmung in der Luft 378; Bestimmung von

Schwefel in Gegenwart von Tetrachlorkohlenstoff 215
Tetracyclin, Bestimmung neben Chlortetracyclin 235
Tetrafluoborate, Bestimmung von Fluor 66
Tetralin, Kupferronanaloge als analytische Reagentien 129
Tetralinchinon, polarographische Bestimmung 220
Tetramethylhydrazin, Infrarotabsorption 117
Tetramethyltetrazin, Infrarotabsorption 117
Tetraphenylarsoniumverbindungen bei der Trennung von Ruthenium und Osmium 420
Tetraphosphat, Abtrennung 301
Textilfaserstoffe, chemische Untersuchung (Ulrich) 377 [L]
Thallium, Farbreaktion 127; Nachweis 440; colorimetrische Bestimmung 440; Bestimmung in Blei, Zink und Cadmium 49
Thallium(I)-nitratlösung, Maßlösung in der Amperometrie 41
Theobromin, Bestimmung 226
Theophyllin, Bestimmung 226
Theoretische Grundlagen der organischen Chemie (Hückel) 155 [L]
Thiantan, Bestimmung 224
Thiazinamium, Bestimmung 223
Thiazine, zum Borsäurenachweis 438
Thiazolgelb, Färbung bei verschiedenen p_H-Werten 282
Thioäther, Identifizierung 308
Thioanilid, Reagens auf Metallionen 294
Thiocholinester, Mikrobestimmung 160
Thiofluorescein zur Mikrobestimmung von Fettperoxyden 158
Thioglykolsäure, Verwendung von substituierten Aminen als Metallreagentien 294; Identifizierung in kosmetischen Präparaten und R_f-Wert 78; Nachweis in Kaltdauerwellpräparaten 77
Thioglykolsäureanilide in der anorganischen Analyse 130; Reagens auf Metallionen 294
Thioharnstoff, Oxydation durch Hypojodit 276; Bestimmung 138; Titration mit Hypojodit mit Hilfe von verschiedenen Endpunkten 276
Thioharnstoffderivate, Oxydation durch Hypojodit 276
Thioharnstofflösung zur Titration von Quecksilber und Cadmium 138
Thiomilchsäure, Nachweis in Kaltdauerwellpräparaten 77; Identifizierung in kosmetischen Präparaten und R_f-Wert 78
Thiophen, gaschromatographische Trennung von Benzol 36
Thiosulfat, Bestimmung mit Permanganat 300; mit alkalischer Cyanoferrat(III)-lösung 105
Thorium, Farbreaktion 127; Bestimmung in reinen Lösungen 169; Bestimmung 358, 455; photometrische Bestimmung mit Indooxin 326; spektralphotometrische Bestimmung 143; amperometrische Bestimmung 321; chelatometrische Bestimmung mit Xylenorange als Indicator 292; Bestimmung in Mineralien 42; in zirkoniumhaltigen Magnesiumlegierungen 258; Störung beim Silbernachweis 435
Thoriumnitrat, Bestimmung von Sulfat 68
Thoriumnitratlösungen, amperometrische Titration 325; zur Verdrängung von Blei aus dem Bleikomkomplexonat 173
Thoriumoxyd, Analyse eines Gemisches mit Aluminiumoxyd 16
Threonin, Bestimmung 286; papierelektrophoretische Bestimmung 396
Tierische Substanzen, Bestimmung von Zink 386
Tiron, Reaktion mit verschiedenen Metallen 443; bei der Bestimmung von Titan 442
Titan, Farbreaktion 127; spektrophotometrische Untersuchung analytisch wichtiger Komplexe 442; R_f-Werte von Anionenverbindungen 89; Komplexreaktionen 442; Extraktion mit Hilfe von 8-Hydroxychinaldin 299; qualitativer Nachweis mit Diantipyrylorthooxyphenylmethan 443; Mikrokristallnachweis mit Diantipyrylorthooxyphenylmethan 443; Bestimmung 358, 455; mit Kupferron 142; polarographische Bestimmung 143; Trennung von Niob und Tantal 446; Nachweis neben Molybdän und Vanadium 445; Bestimmung von Mikromengen neben Eisen und Aluminium 299; Bestimmung in Silicaten 60; in Meeressedimenten 65; in Hiduminium 29; im Stahl 57; Einfluß auf die Bestimmung von Phosphor 383; Nachweis von Niob neben Titan 445
Titan(III), spektrophotometrische Bestimmung mit Permanganat 362

Titanerze, Bestimmung von Eisen 381
Titanlegierungen, Bestimmung von Phosphor 382; von Eisen 381
Titanschwamm, Bestimmung von Eisen 381
Titrationen, automatische photometrische Titrationen 122; Endpunktserkennung bei jodometrischen Titrationen 123; siehe auch Chelatometrie, sowie komplexometrische Titrationen, konduktometrische Titrationen, Neutralisationstitrationen und photometrische Titrationen
Titriergerät für spektrophotometrische Titrationen 362
Tocopherol, Bestimmung in autoxydierenden Methylestern von Fettsäuren 374
o-Tolidin zur spektrophotometrischen Bestimmung von Jod 448
Toluidine, Verwendung in der anorganischen Analyse 130
Toluol, Bestimmung von Äthyl- und Butylalkohol in Gemischen mit Toluol 156
p-Toluolsulfochloramidnatrium, Nachweis in Lebensmitteln 320
Ton, Bestimmung von Schwefel in Gegenwart von weißem Ton 215
Tonerdehydrate, Bestimmung des Glühverlustes 462
Tonmineralien, röntgenographische Analyse 462
Traganth, Identifizierung 320
Triäthylamin, Titration in Glykol-Phenolgemischen 314
Triglyceride, papierchromatographische Bestimmung 392
Trimetaphosphat, Abtrennung 301
Trimethylamin, Infrarotabsorption 117
N-(2′-Trimethylammonium-2′-methyläthyl)phenothiazinhydroxyd, Bestimmung 223
Trimethylhydrazin, Infrarotabsorption 117
Trinaphthylmethanfarbstoffe, Indicatoren zur komplexometrischen Eisen-(III)-bestimmung 306
Trinatriumphosphat, Infrarot-Absorptionsspektrum 242
Trinitrophenole, Substituierte Trinitrophenole als Reagentien 160
Triphenylmethane zum Borsäurenachweis 438
Triphenylmethanfarbstoffe, Anwendung als Indicatoren für die komplexometrische Eisen(III)-bestimmung 306
Triphosphat, Abtrennung 301
Tripolyphosphatlösungen zur Bestimmung von Eisen(III)-ionen 306
Tris-(hydroxymethyl)-aminomethan zur Titration von Schwefelsäure 130
Tris-(hydroxymethyl)-aminomethan-Salzsäure, Puffersystem zur Einstellung von p_H-Werten 122
Tropäolin 0, Färbung bei verschiedenen p_H-Werten 282
Tropäolin 00 zur Bestimmung von Lokalanaestheticis mit freier Aminogruppe 217
Tryptophan, Störung bei der Bestimmung von Hydroxyprolin in Gelatine und Kollagen 208
Tutocain, Bestimmung 218
Tylose, Identifizierung 320
Tyrosin, Störung bei der Bestimmung von Hydroxyprolin in Gelatine und Kollagen 208; Bestimmung 286
Tyrosinmethode zur Bestimmung von Fibrinogen in Blutplasma 399

Überchlorsäure, Titerstellung durch Hochfrequenztitration 122
Ultrarotabsorptionsschreiber, stabiles Betriebskontrollinstrument 117
Ultrarotspektroskopie, siehe Infrarotspektroskopie
Ultrasüß, papierchromatographischer Nachweis 454
Ultraviolettabsorption wäßriger durch Papierfilter filtrierter Lösungen 115
Ungesättigte Bestandteile, massenspektrometrische Bestimmung im Erdölnaphtha 42
Ungesättigte Fette, siehe Fette
Unverseifbares, Analyse der Bestandteile in Salbengrundlagen 214
Uran, Farbreaktion 127; Fällung und Zusammensetzung von Uranylselenit 152; Bestimmung 358, 455; höherer Konzentrationen 152; Untersuchungen zur polarographischen Bestimmung 303; polarographische Schnellbestimmung 153; Bestimmung mit Natriumazid 151; Extraktion zur Bestimmung in Mineralien 63; Bestimmung in Mineralien 42; in Oxyden und Metallen 303; in Zirkonium 203; Störung beim Silbernachweis 435; Verdampfungsmethode bei der spektralanalytischen Bestimmung von Bor und anderen Beimengungen 30; Bestimmung von Borspuren 458
Uran(VI), Komplexreaktionen 443
Uran-Cer-Chromlegierungen, Bestimmung von Cer und Chrom 202
Uran(IV)-lösung als Maßflüssigkeit 124
Uranmetall, Mikrobestimmung von Bor 459

Uranspaltprodukte, Nachweis von Radionucliden 43; papierchromatographische Trennung 43
Uranylacetat bei der Wielandschen Retentionsanalyse 35
Uranylchloridlösungen, Mikrobestimmung von Bor 459
Uranylselenit, Fällung und Zusammensetzung 152
Uranylsulfatlösung, Zersetzung des Peroxyds in Uranylsulfatlösung 45
Urin, Bestimmung von Phosphaten 145; papierchromatographische Bestimmung von Aminosäuren 239; siehe auch Harn
Uronsäure, Bedeutung des Nachweises bei der Identifizierung von Quellstoffen 320

Valin, Bestimmung 286
D-Valin, Infrarotabsorption in wäßriger Lösung 117
Vanadametrie zur Bestimmung von Arsenit 180
Vanadate, Infrarotspektren 285; Störung bei der Bestimmung von Nitrat 444
Vanadium, R_f-Werte von Anionenverbindungen 89; spektrochemische Bestimmung 347; spektralphotometrische Bestimmung reiner Vanadiumlösungen 147; coulometrische Titration 305; chelatometrische Bestimmung 357; Nachweis neben Molybdän und Titan 445; Bestimmung in Zirkonium 457; in Uran 30; im Stahl 57, 204; Serienbestimmung im Stahl 58; Schnellbestimmung in Stahl und Eisenlegierungen 57; spektrochemische Bestimmung in Böden, Düngemitteln und biologischem Material 341; Störung beim Silbernachweis 435; bei der Bestimmung von Titan mit 8-Hydroxychinaldin 299; Einfluß auf die Bestimmung von Phosphor 383; Bestimmung von Eisen neben Vanadium 154
Vanadium(V), Reaktion mit Parafuchsinhexaessigsäure 128; Tüpfelreaktion 100; Nachweis geringer Mengen mit Guajacol 303; Titration mit Uran(IV)-lösung 124
Vanadylacetatlösung, Maßlösung in der Amperometrie 41
Vanillin, potentiometrische Untersuchung 317
Vaseline, Bestimmung von Schwefel in Gegenwart von Vaseline 215
Veratrol, Reaktion mit Metallen 443
Verdampfungsmethode in der Spektralanalyse 30
Verdrängungsreaktionen, komplexchemische Verdrängungsreaktionen bei polarographischen Analysen 169; in der polarographischen Analyse 321
Veronal, Identifizierung 218
Verteilungsverfahren im Laboratorium (Hecker) 353 [L]
Vinylacetat, Bestimmung in Vinylchlorid-Vinylacetat-Copolymerisaten 72
Vinylcaprolactam, Bestimmung 156
Vinylchlorid, Infrarotabsorption 117
Vinylchlorid-Vinylacetat-Copolymerisate, Bestimmung von Vinylacetat 72
Vinylpiperidon, Bestimmung 156
Vinylpyrrolidon, Bestimmung 156
Vinylverbindungen, Analyse mit der Jodoformreaktion 155
Vioform, Bestimmung von Jod und Chlor 228
Vitamin B_{12}, mikrobiologische Bestimmung 374
Vitamin K, Bestimmung 222
Vitamine, polarographische Bestimmung 214

Wachsseifen, Bestimmung 70, 71
Wäßrige Lösungen, Infrarotabsorptionsspektroskopie 117
Warenkunde und Untersuchung von Kaffee, Kaffee-Ersatz- und Zusatzstoffen (Lindner) 201 [L]
Wasser, Verteilung von Bromthymolblau zwischen Wasser und Chloroform neben organischen Basen 217; Titriergerät zur Bestimmung nach Karl Fischer 363; Bestimmung nach Karl Fischer 126; durch dielektrische Messungen mit Hochfrequenz 295; Bestimmung im Honig 365; in Polysiloxanverbindungen 74; massenspektrometrische Bestimmung von Deuterium 42; Bestimmung der Gesamthärte 291; chelatometrische Bestimmung der Härte mit neuem Indicator 292; Bestimmung von Selen in Abwasser 380; von Äthyl- und Butylalkohol in Gemischen mit Wasser 156; siehe auch Feuchtigkeit, sowie Mineralwasser, Regenwasser und Seewasser
Wasserstoff, gaschromatographische Abtrennung 119; Bestimmung im Stahl durch Vakuumextraktion 52
Wasserstoffperoxyd, maßanalytische Bestimmung 125
Wasserunlösliche Säuren, siehe Säuren

Weichharze, Identifizierung von Polyolen 73
Weichmacher, Identifizierung von Polyolen 73
Wein, potentiometrische Untersuchung 317; mikrochemische Bestimmung der Weinsäure 364; mikrobiologische Bestimmung von Nicotinsäureamid 374
Weinsäure bei der chromatographischen Trennung von Zink und Gallium 439; Thermostabilität 294; Hochfrequenztitration 122; Bestimmung in Diätsalz 318; mikrochemische Bestimmung im Wein 364; Störung bei cerimetrischen Titrationen 428
Weinsäure-Eisen-Alkalihydroxyd, Lösungsmittel für Cellulose 209
Weinstein, Bestimmung in Lebensmitteln 317
Weißpigmente, Zusammensetzung von Mischungen 388
Werkstoffe, Korrosionstabellen nichtmetallischer Werkstoffe (Ritter) 375 [L]
Werkstoffprüfung, Handbuch (Siebel) 375 [L]
Whisky, Bestimmung von Chrom, Kobalt und Mangan 450
Wirkstoffe von Arzneimitteln, polarographische Bestimmung 214
Wismut, Farbreaktion 127; papierelektrophoretisches Verhalten 186; elektrophoretische Wanderung von Komplexionen 37; chromatographischer Nachweis 285; Bestimmung 358, 455; mit Bismuthiol II 103; Bestimmung kleiner Mengen 302; chelatometrische Bestimmung mit Xylenorange als Indicator 292; gemeinsame Titration mit Cadmium 438; Trennung kleiner Mengen von kleinen Mengen Blei 303; Trennung von Eisen 190, 192; spektrochemische Bestimmung in Aluminiumoxyd 30; Störung beim Silbernachweis 435; bei der Bestimmung von Titan mit 8-Hydroxychinaldin 299
Wismut-7-jod-8-oxychinolin-5-sulfonat, Bestimmung 227
Wismutnitrat, Bestimmung von Schwefel in Gegenwart von Wismutnitrat 215
Wolfram, Untersuchung der Anionenverbindungen des Systems mit Molybdän 81; R_f-Werte der Anionenverbindungen 84; Bildung und Colorimetrierung der Wolfram-Rhodanid-Komplexverbindung 151; polarographische Bestimmung in Legierungen 382; Bestimmung in Zirkonium 457; amperometrische Bestimmung in Ferrowolfram 457; Einfluß auf die Bestimmung von Phosphor 383; von Chrom und Vanadium im Stahl 58
Wolframate, Infrarotspektren 285
Wolframlegierungen, Bestimmung von Silicium 382; von Phosphor 382
Wolfram-Rhodanid-Komplexverbindung, Bildung und Bestimmung 151
Wollfasern, Bestimmung von Sulfhydrylgruppen in veränderten Wollfasern 210
Wurstwaren, Extraktion und Identifizierung von Farbstoffen 449

Xanthinfarbstoffe, Extraktion und Identifizierung in Lebensmitteln 449
Xylenorange, Indicator in der Chelatometrie 292
Xylocain, Bestimmung 218
Xylose, papierchromatographische Bestimmung 313

Yttrium, R_f-Werte des Elementes und radioaktiver Isotope 44

Zersetzung, Nachweis von Fischfleisch 373
Zinchrom R, Indicator in der Chelatometrie 292
Zink, Farbreaktion 127; Reaktion mit Parafuchsinhexaessigsäure 128; mit Pyridin- und Chinolincarbonsäuren 359; Komplex mit Eriochrom-Blauschwarz R, Indicator in der Komplexometrie 292; Fällung in gepufferter Lösung 359; papierelektrophoretisches Verhalten 186; Bestimmung 358, 455; Mikrobestimmung 358; spektrochemische Bestimmung 347; konduktometrische Titration mit ÄDTA 291; chelatometrische Bestimmung 357; mit Xylenorange als Indicator 293; mikroheterometrische Bestimmung mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 456; gemeinsame Bestimmung mit Kupfer 437; mit Cadmium 438; chromatographische Trennung von Gallium 439; Trennung von Ga, Fe und Cu 439; von Eisen 190, 192; Bestimmung neben Quecksilber 358; Bewertung eines Analysenverfahrens in Zinkblenden 461; Bestimmung in Meeressedimenten 65; in technischen Produkten 65; in Hiduminium 29; in Aluminiumbronze 202; in Phosphatierungsmitteln 59; in Böden, pflanz-

lichen und tierischen Substanzen sowie in Düngemitteln 386; in Pflanzenasche 211; in Mineralöl 31; Maskierung bei der Wasserhärtebestimmung 291; Entfernung bei der Calciumbestimmung 359; Bestimmung von Cadmium neben Zink in Legierungen 438; von Thallium 49
Zinkblenden, Bewertung eines Analysenverfahrens zur Bestimmung von Zink und Eisen 461
Zink-Eisenverbindungen, Isolierung intermetallischer Verbindungen 203
Zink-Lithium-Magnesium-Legierungen, Bestimmung von Lithium 456
Zinkoxyd, Bestimmung in Weißpigmenten 388; Bestimmung von Schwefel in Gegenwart von Zinkoxyd 215
Zinkquecksilberrhodanid als Spurenfänger 355
Zinksulfid, Bestimmung von Eisen 67
Zinn, Farbreaktion 127; chromatographischer Nachweis 285; Bestimmung 455; mikrochemische Bestimmung 203; mikrokristalloskopische Bestimmung als $(NH_4)_2SnCl_6$ 298; fluorimetrische Bestimmung 141; Bestimmung kleiner Mengen in Erzen 62; spektrochemische Bestimmung in Aluminiumoxyd 30; Bestimmung in Eisen, Stahl und Erzen 56; photometrische Bestimmung in organischem und anorganischem Material 49; Störung beim Silbernachweis 435; Einfluß von Eisen auf die Bestimmung in Messing und Bronze 201
Zinn-Bleilegierungen, Bestimmung von Blei 50
Zinnlegierungen, bromatometrische Bestimmung von Antimon 50
Zirkon (Mineral), Bestimmung von Uran- und Thoriumspuren 42
Zirkonium, analytische Chemie 443; Farbreaktion 127; Bestimmung 455; Trennung von Aluminium durch Ionenaustausch 140; Störung bei der Bestimmung von Titan mit 8-Hydroxychinaldin 299; Einfluß auf die Thoriumbestimmung in Magnesiumlegierungen 258; Bestimmung der Verunreinigungen 457; von Uran in Zirkonium 203
Zirkularchromatographie, Zusammenhang zwischen R_f-Wert und Ionengröße 34
Zucker, Lösungsmittelgemische für die papierchromatographische Trennung 313; potentiometrische Untersuchung 317; Bestimmung im Honig 365; Fehlerbreite der Bestimmungsmethoden in Blut 391
Zuckerkomponenten, Trennung von Mucoproteinen 239
Zweikomponentensysteme, Genauigkeit der spektrophotometrischen Untersuchung 31